

UNIVERSIDADE FEDERAL DO PARANA

FERNANDA OLIVEIRA BALBINO

**ANÁLISE ESTATÍSTICA DE DADOS EXPERIMENTAIS NA
CARACTERIZAÇÃO DINÂMICA DE MATERIAIS VISCOELÁSTICOS**

CURITIBA

2012

FERNANDA OLIVEIRA BALBINO

**ANÁLISE ESTATÍSTICA DE DADOS EXPERIMENTAIS NA
CARACTERIZAÇÃO DINÂMICA DE MATERIAIS VISCOELÁSTICOS**

Dissertação apresentada como requisito parcial para a obtenção do grau de Mestra em Engenharia Mecânica no curso de Pós-Graduação em Engenharia Mecânica da Universidade Federal do Paraná, área de concentração em Fenômenos de Transporte e Mecânica dos Sólidos.

Orientador: Prof. Eduardo M. O. Lopes, PhD.

CURITIBA

2012

TERMO DE APROVAÇÃO

FERNANDA OLIVEIRA BALBINO

ANÁLISE ESTATÍSTICA DE DADOS EXPERIMENTAIS NA CARACTERIZAÇÃO DINÂMICA DE MATERIAIS VISCOELÁSTICOS

Dissertação aprovada como requisito parcial à obtenção de grau de Mestra em Engenharia Mecânica, área de concentração Engenharia Térmica e Mecânica dos Sólidos, no Programa de Pós-Graduação em Engenharia Mecânica, Departamento de Engenharia Mecânica, Setor de Tecnologia da Universidade Federal do Paraná.

Banca Examinadora:

Prof. Dr. Roberto Dalledone Machado
PUC/PR

Prof. Dr. Anselmo Chaves Neto
UFPR

Prof. Dr. Eduardo Márcio de Oliveira Lopes
UFPR/PG-MEC
Presidente

Curitiba, 27 de março de 2012.

DEDICATÓRIA

Aos meus pais Juraci e Hector Balbino,
minha irmã Renata e sobrinho Matias.

À amiga Lucimara Vanali (in memorian).

AGRADECIMENTOS

A Deus, que, com seu amor infinito, permitiu a concretização deste objetivo de vida e deu coragem para superar os obstáculos deste percurso.

Ao prezado professor Eduardo Lopes, que me aceitou em sua orientação e, com incansável dedicação, repassou seu conhecimento e ensinamentos com paciência e amizade.

Aos meus pais, Juraci e Hector, que, com seu apoio, me proporcionaram a realização deste projeto, pela compreensão e amor em todos os momentos. À minha irmã Renata e sobrinho Matias, pelo amor e por participarem de minha vida.

A Marilda Munaro, pela atenção e colaboração desde os estágios iniciais do trabalho para realização da parte experimental.

Ao professor Jucélio, pelo interesse no andamento do trabalho. Ao professor Anselmo, sempre à disposição para sanar dúvidas referentes à parte estatística do trabalho. Ao secretário Márcio, pelo esmero, paciência e bom humor com que sempre atende às solicitações necessárias, referentes às questões burocráticas.

Aos meus amigos. Aos colegas Patricia e Wagner, que sempre estiveram ao meu lado, sanando dúvidas e prestando conselhos importantes durante a jornada.

Ao LACTEC, por permitir a utilização do equipamento Netzsch DMA 242C em suas instalações.

A CAPES/REUNI, pelo oferecimento de apoio financeiro para realização do projeto.

A Universidade Federal do Paraná, que forneceu a estrutura necessária para a realização da presente dissertação de mestrado.

“O importante é não parar de questionar. A curiosidade tem sua própria razão para existir. Uma pessoa não pode deixar de se sentir reverente ao contemplar os mistérios da eternidade, da vida, da maravilhosa estrutura da realidade. Basta que a pessoa tente apenas compreender um pouco mais desse mistério a cada dia. Nunca perca uma sagrada curiosidade”.

Albert Einstein

RESUMO

Vibrações mecânicas ocorrem, em maior ou menor grau, em máquinas, estruturas e sistemas mecânicos em geral e são, não raramente, vistas como indesejáveis, não somente em função dos movimentos e sons desagradáveis associados, mas também devido à perda de energia, queda de rendimento e, particularmente, fadiga. Os métodos passivos de controle de vibrações requerem, em várias situações, materiais que possuam alta capacidade de dissipar energia, o que tem feito os materiais viscoelásticos serem largamente utilizados. Na realização de projetos eficazes e eficientes de controle passivo através de materiais viscoelásticos, é indispensável o conhecimento detalhado do comportamento dinâmico do material empregado. Para tanto, se faz necessário conhecer as suas propriedades dinâmicas, quais sejam, o módulo real de elasticidade e o correspondente fator de perda. Essas propriedades, obtidas pela via experimental, são dependentes da frequência e da temperatura, dependência essa que, em faixas de grande interesse, é bastante pronunciada. Nesse trabalho, foram levantados dados experimentais relativos às propriedades dinâmicas de um material viscoelástico típico, de uso corrente em controle passivo de vibrações. Várias amostras do material foram ensaiadas e técnicas estatísticas foram utilizadas no estudo do comportamento em frequência e temperatura das propriedades dinâmicas. Constata-se, em linha com o afirmado na literatura e reconhecido pela experiência, que há uma dispersão significativa, demandando considerações de natureza probabilística, e não determinística. Ainda assim, como decorre da aplicação do teste não paramétrico de Friedman, há como caracterizar dinamicamente um material viscoelástico típico de forma mais expedita do que o que vem sendo feito, sem perda de generalidade ou precisão.

Palavras-chave: Análise de Variância. Comportamento Aleatório. Dispersão. Materiais Viscoelásticos. Propriedades Dinâmicas. Teste não Paramétrico de Friedman.

ABSTRACT

Mechanical vibrations occur, to greater or lesser extent, in machines, structures and mechanical systems in general and are not rarely regarded as undesirable, not only owing to unpleasant motions and sounds, but also due to energy loss, reduced performance and, particularly, fatigue. Passive methods of vibration control require, in various circumstances, materials having high energy dissipation capacity, which has made the viscoelastic materials widely employed. For efficacious and effective vibration control designs using viscoelastic materials, it is essential to have a detailed knowledge of the dynamic behavior of the material of concern. To this end, it is necessary to know their dynamic properties, namely, the real modulus of elasticity and the corresponding loss factor. These properties, obtained by experimental means, are dependent on frequency and temperature and this dependence, in bands of great interest, is quite pronounced. In this work, experimental data related to the dynamic properties of a typical viscoelastic material, currently used in passive vibration control, were raised. Various samples of this material were tested and statistical techniques were employed to study the behaviour of the dynamic properties in both frequency and temperature. It is verified, in line with the literature and the experience, that there is a significant scatter, demanding statements of probabilistic, (rather than deterministic,) nature. Yet, as resulting from applying the non-parametric Friedman test, a typical viscoelastic material can be dynamically characterized in a more expeditious way than it has been done, without loss of generality or precision.

Keywords: Analysis of Variance. Dynamic Properties. Non-parametric Friedman Test. Random Behaviour. Scatter. Viscoelastic Materials.

LISTA DE FIGURAS

Figura 1– Variação típica do módulo real e do fator de perda com a temperatura....	26
Figura 2 - Variação de G_R e G com a frequência	27
Figura 3 – Variação de G_R e G com a temperatura.....	27
Figura 4 – Variação experimental das propriedades dinâmicas em frequência e temperatura.....	30
Figura 5 – Diagrama de frequência reduzida.	31
Figura 6 – Fator de deslocamento versus temperatura.....	32
Figura 7 – Nomograma de frequência reduzida	33
Figura 8 – <i>Wicket Plot</i> (a) forma padrão (b) forma usual.....	35
Figura 9 – Intervalo de confiança bilateral com distribuição t de Student.....	40
Figura 10 – Erro d na estimativa de μ e \bar{x}	41
Figura 11 – Equipamento Netzsch DMA 242C.....	54
Figura 12 – Porta amostra do ensaio de tração do equipamento Netzsch DMA 242C	54
Figura 13 – Componentes do analisador do equipamento Netzsch DMA 242C	55
Figura 14 – Nomograma do material ISODAMP C-1002.....	56
Figura 15 – <i>Wicket Plot</i> (a) ensaio de número 1 (b) ensaio de número 2	58
Figura 16 – <i>Wicket Plot</i> (a) ensaio de número 3 (b) ensaio de número 4	59
Figura 17 – <i>Wicket Plot</i> (a) ensaio de número 5 (b) ensaio de número 6	59
Figura 18 – <i>Wicket Plot</i> (a) ensaio de número 7 (b) ensaio de número 8	59
Figura 19 – <i>Wicket Plot</i> (a) ensaio de número 9 (b) ensaio de número 10	60
Figura 20 – <i>Wicket Plot</i> (a) ensaio de número 11 (b) ensaio de número 12	60
Figura 21 – <i>Wicket Plot</i> (a) ensaio de número 13 (b) ensaio de número 14	60
Figura 22 – <i>Wicket Plot</i> (a) ensaio de número 15 (b) ensaio de número 16	61

Figura 23 – <i>Wicket Plot</i> (a) ensaio de número 17 (b) ensaio de número 18	61
Figura 24 – <i>Wicket Plot</i> (a) ensaio de número 19 (b) ensaio de número 20	61
Figura 25 – <i>Wicket Plot</i> (a) ensaio de número 21 (b) ensaio de número 22	62
Figura 26 – <i>Wicket Plot</i> (a) ensaio de número 23 (b) ensaio de número 24	62
Figura 27 – <i>Wicket Plot</i> (a) ensaio de número 25 (b) médias amostrais	62
Figura 28 – Nomograma das médias amostrais.....	75
Figura 29 – Resultados consolidados do estudo Jones (1992)	76
Figura 30 – Curvas para comparação a -20°C das médias amostrais, limites superiores e inferiores, dados do fabricante e dados de Jones (1992).	77
Figura 31 – Curvas para comparação a -10°C das médias amostrais, limites superiores e inferiores, dados do fabricante e dados de Jones (1992)	77
Figura 32 – Curvas para comparação a 0°C das médias amostrais, limites superiores e inferiores, dados do fabricante e dados de Jones (1992).....	78
Figura 33 – Curvas para comparação a 10°C das médias amostrais, limites superiores e inferiores, dados do fabricante e dados de Jones (1992)	78
Figura 34 – Curvas para comparação a 20°C das médias amostrais, limites superiores e inferiores, dados do fabricante e dados de Jones (1992)	79
Figura 35 – Curvas para comparação a 40°C das médias amostrais, limites superiores e inferiores, dados do fabricante e dados de Jones (1992)	79
Figura 36 – Gráfico normal de probabilidade dos resíduos para teste da anova.	81
Figura 37 – Gráfico dos resíduos versus temperatura para verificar homogeneidade de variâncias do fator temperatura no teste da anova	82
Figura 38 – Gráfico dos resíduos versus frequência para verificar homogeneidade de variâncias do fator frequência no teste da anova	82
Figura 39 – Gráfico de valores preditos versus resíduos para verificar a independência dos resíduos no teste da anova	83
Figura 40 - Histogramas dos módulos reais de elasticidade a -20°C e 0,2 Hz e 10°C e 50 Hz.	84
Figura 41 - Histogramas dos módulos reais de elasticidade a -40°C , nas frequências de 0,1 Hz, 1 Hz, 10 Hz e 100 Hz.	85
Figura 42 - Histogramas dos módulos reais de elasticidade a -10°C , nas frequências de 0,1 Hz, 1 Hz, 10 Hz e 100 Hz.	86

Figura 43 - Histogramas dos módulos reais de elasticidade a 10°C, nas frequências de 0,1 Hz, 1 Hz, 10 Hz e 100 Hz.	86
Figura 44 - Histogramas dos módulos reais de elasticidade a 50°C, nas frequências de 0,1 Hz, 1 Hz, 10 Hz e 100 Hz.	87
Figura 45 – Soma dos postos para o módulo real de elasticidade	90
Figura 46 – Soma dos postos para o módulo imaginário de elasticidade	90
Figura 47 – Soma dos postos para o fator de perda	91
Figura 48 – Soma dos postos para o módulo real de elasticidade	94
Figura 49 – Soma dos postos para o fator de perda	94
Figura 50 – Temperaturas nas quais o teste de Friedman sugere que os tratamentos são significativamente iguais para os módulos reais de elasticidade.....	95
Figura 51 – Temperaturas nas quais o teste de Friedman sugere que os tratamentos são significativamente iguais para os fatores de perda.....	95
Figura 52 – Nomograma de frequência reduzida das médias amostrais retirando os dados das temperaturas de -20°C e 20°C.....	96
Figura 53 – Curvas para comparação, a -40°C, das médias amostrais com e sem as temperaturas de -20°C e 20°C.	97
Figura 54 – Curvas para comparação, a -10°C, das médias amostrais com e sem as temperaturas de -20°C e 20°C.	97
Figura 55 – Curvas para comparação, a 0°C, das médias amostrais com e sem as temperaturas de -20°C e 20°C.	98
Figura 56 – Curvas para comparação, a 10°C, das médias amostrais com e sem as temperaturas de -20°C e 20°C.	98
Figura 57 – Curvas para comparação, a 50°C, das médias amostrais com e sem as temperaturas de -20°C e 20°C.	99

LISTA DE TABELAS

Tabela 1 - Modelo geral da matriz de dados para um experimento fatorial com dois fatores	45
Tabela 2 - Análise de variância para um experimento fatorial com dois fatores de efeitos fixos e n repetições	46
Tabela 3 - Tabela de entrada para realização do teste de Friedman.	49
Tabela 4 - Módulo real de elasticidade a -40°C – Medidas de dispersão e intervalos de confiança. Número de elementos dentro do intervalo de confiança.	63
Tabela 5- Módulo real de elasticidade a -20°C – Medidas de dispersão e intervalos de confiança. Número de elementos dentro do intervalo de confiança.	63
Tabela 6 - Módulo real de elasticidade a -10°C – Medidas de dispersão e intervalos de confiança. Número de elementos dentro do intervalo de confiança.	64
Tabela 7 - Módulo real de elasticidade a 0°C – Medidas de dispersão e intervalos de confiança. Número de elementos dentro do intervalo de confiança.	65
Tabela 8 - Módulo real de elasticidade a 10°C – Medidas de dispersão e intervalos de confiança. Número de elementos dentro do intervalo de confiança.	65
Tabela 9 - Módulo real de elasticidade a 20°C – Medidas de dispersão e intervalos de confiança. Número de elementos dentro do intervalo de confiança.	66
Tabela 10 - Módulo real de elasticidade a 50°C – Medidas de dispersão e intervalos de confiança. Número de elementos dentro do intervalo de confiança.	66
Tabela 11 - Módulo imaginário de elasticidade a -40°C – Medidas de dispersão e intervalos de confiança. Número de elementos dentro do intervalo de confiança.	67
Tabela 12 - Módulo imaginário de elasticidade a -20°C – Medidas de dispersão e intervalos de confiança. Número de elementos dentro do intervalo de confiança.	67
Tabela 13 - Módulo imaginário de elasticidade a -10°C – Medidas de dispersão e intervalos de confiança. Número de elementos dentro do intervalo de confiança.	68
Tabela 14 - Módulo imaginário de elasticidade a 0°C – Medidas de dispersão e intervalos de confiança. Número de elementos dentro do intervalo de confiança.	68
Tabela 15 - Módulo imaginário de elasticidade a 10°C – Medidas de dispersão e intervalos de confiança. Número de elementos dentro do intervalo de confiança.	69

Tabela 16 - Módulo imaginário de elasticidade a 20°C – Medidas de dispersão e intervalos de confiança. Número de elementos dentro do intervalo de confiança.....	69
Tabela 17 - Módulo imaginário de elasticidade a 50°C – Medidas de dispersão e intervalos de confiança. Número de elementos dentro do intervalo de confiança.....	70
Tabela 18 - Fator de perda a -40°C – Medidas de dispersão e intervalos de confiança. Número de elementos dentro do intervalo de confiança.	71
Tabela 19 - Fator de perda a -20°C – Medidas de dispersão e intervalos de confiança. Número de elementos dentro do intervalo de confiança.	71
Tabela 20 - Fator de perda a -10°C – Medidas de dispersão e intervalos de confiança. Número de elementos dentro do intervalo de confiança.	72
Tabela 21 - Fator de perda a 0°C – Medidas de dispersão e intervalos de confiança. Número de elementos dentro do intervalo de confiança.	72
Tabela 22 - Fator de perda a 10°C – Medidas de dispersão e intervalos de confiança. Número de elementos dentro do intervalo de confiança.	73
Tabela 23 - Fator de perda a 20°C – Medidas de dispersão e intervalos de confiança. Número de elementos dentro do intervalo de confiança.	73
Tabela 24 - Fator de perda a 50°C – Medidas de dispersão e intervalos de confiança. Número de elementos dentro do intervalo de confiança.	74
Tabela 25 – Valores de p-valor obtidos para cada tratamento na realização do teste de Shapiro-Wilk.	84
Tabela 26 - Resultado do teste de Friedman para identificar diferenças em frequência.....	88
Tabela 27 - Resultado do teste de comparações múltiplas para o módulo real de elasticidade.	89
Tabela 28 - Resultado do teste de comparações múltiplas para o módulo imaginário de elasticidade.	89
Tabela 29 - Resultado do teste de Friedman para identificar diferenças em temperatura.....	92
Tabela 30 - Resultado do teste de comparações múltiplas para o módulo real de elasticidade.	92
Tabela 31 - Resultado do teste de comparações múltiplas para o módulo imaginário de elasticidade.	93
Tabela 32 - Resultado do teste de comparações múltiplas para o fator de perda.....	93

LISTA DE SÍMBOLOS

Letras Romanas

B	- Módulo volumétrico
d	- Precisão ou erro amostral
E	- Módulo de elasticidade (ou de Young)
\bar{E}	- Módulo complexo de elasticidade (ou de Young)
E_H	- Parâmetro do material no modelo de derivadas fracionárias
E_I	- Módulo imaginário de elasticidade (ou de Young)
E_L	- Parâmetro do material no modelo de derivadas fracionárias
E_R	- Módulo real de elasticidade (ou de Young)
f	- Frequência
G	- Módulo de cisalhamento
\bar{G}	- Módulo complexo de cisalhamento
G_I	- Módulo imaginário de cisalhamento
G_R	- Módulo real de cisalhamento
J	- Número de linhas para teste de Friedman
K	- Número de colunas para teste de Friedman
LI	- Limite inferior de intervalo de confiança
LS	- Limite superior de intervalo de confiança
n	- Tamanho de amostra
N	- Tamanho de população
R_i	- Soma dos postos da i -ésima coluna

R_j - Soma dos postos da j-ésima coluna

S - Desvio padrão amostral

S^2 - Variância amostral

T - Temperatura

T_0 - Temperatura de referência

\bar{X} - Média amostral

Letras Gregas

τ - Fator de deslocamento

- Nível de significância

- Parâmetro do material no modelo de derivadas fracionárias

α - Diferença mínima significativa para teste de comparações múltiplas

ϵ - Deformação

- Fator de perda

ϵ_L - Fator de perda longitudinal

ϵ_S - Fator de perda ao cisalhamento

ϵ_1 - Parâmetro empírico do material na equação WLF

ϵ_2 - Parâmetro empírico do material na equação WLF

μ - Média populacional

- Coeficiente de Poisson

ν - Coeficiente complexo de Poisson

- Densidade do material

σ_M - Tensão

- Desvio padrão populacional

- σ^2 - Variância populacional
- σ_0 - Parâmetro do material no modelo de derivadas fracionárias
- ω - Frequência angular
- ω_R - Frequência reduzida

SUMÁRIO

1 INTRODUÇÃO	17
2 CARACTERIZAÇÃO DINÂMICA DE MATERIAIS VISCOELÁSTICOS	20
2.1 EFEITOS DE FATORES EXTERNOS.....	24
2.1.1 Efeitos da Temperatura.....	25
2.1.2 Efeitos da Frequência.....	26
2.3 CURVAS MESTRES	29
2.4 GRÁFICO WICKET (<i>WICKET PLOT</i>).....	34
3 TÉCNICAS ESTATÍSTICAS APLICADAS À ANÁLISE DE DADOS EXPERIMENTAIS	36
3.1 DISTRIBUIÇÃO AMOSTRAL DAS MÉDIAS	36
3.2 INTERVALO DE CONFIANÇA PARA MÉDIA SOB VARIÂNCIA DESCONHECIDA	39
3.3 DETERMINAÇÃO DO TAMANHO DE AMOSTRA.....	40
3.4 COEFICIENTE DE VARIAÇÃO	43
3.5 EXPERIMENTOS FATORIAIS	43
3.6 ANÁLISE DE VARIÂNCIA	45
3.7 TESTE NÃO PARAMÉTRICO DE FRIEDMAN	48
3.8 TESTE DE SHAPIRO-WILK.....	52
4 MATERIAIS E MÉTODOS.....	53
4.1 EQUIPAMENTO DE COLETA DE DADOS	53
4.2 MATERIAL	55
4.3 EXPERIMENTOS	56
5 APRESENTAÇÃO DOS RESULTADOS E DISCUSSÃO	58
5.1 VERIFICAÇÕES PRELIMINARES	58
5.2 MÉDIAS AMOSTRAIS E INTERVALOS DE CONFIANÇA.....	63
5.3 PROPRIEDADES DINÂMICAS DE FONTES DISTINTAS	75
5.4 DIFERENÇAS ENTRE TRATAMENTOS	80
5.4.1 Abordagem paramétrica	81
5.4.2 Abordagem não paramétrica	87
6 CONCLUSÃO.....	100

6.1 CONSIDERAÇÕES FINAIS	100
6.2 SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS	102
REFERÊNCIAS.....	103
ANEXOS	109

1 INTRODUÇÃO

Para a imensa maioria dos sistemas mecânicos e estruturais de interesse, em que os valores de amortecimento encontrados não são elevados (ou seja, são valores menores do que os valores críticos correspondentes), uma vibração é um movimento oscilatório do sistema em tela em relação a uma configuração de equilíbrio, decorrente de ações dinâmicas (isto é, esforços variáveis no tempo) aplicadas sobre esse sistema. Não raramente, elas são vistas como indesejáveis, não somente em função dos movimentos e sons desagradáveis associados, mas também devido à perda de energia, queda de rendimento e fadiga (TENG et al, 2001). Dessa forma, elas devem ser mantidas em níveis considerados aceitáveis, ou seja, elas devem ser controladas.

Os métodos passivos de controle de vibrações requerem, em várias situações, materiais que possuam alta capacidade de dissipar energia e os materiais viscoelásticos vem sendo largamente utilizados para este propósito (PRITZ, 2001). Sua aplicação se dá, entre outras, em equipamentos de laboratório, motores, eletrodomésticos, máquinas em geral, componentes aeroespaciais e dispositivos destinados à área da saúde.

Na realização de projetos eficazes e eficientes de controle passivo de vibrações através de materiais viscoelásticos, é indispensável o conhecimento detalhado do comportamento dinâmico do material empregado (ESPÍNDOLA et al, 2008). Uma forma bem estabelecida e largamente utilizada de descrever o comportamento dinâmico de materiais viscoelásticos, que depende de forma marcante tanto da frequência quanto da temperatura, é a representação por módulos complexos (NASHIF et al, 1985; PRITZ, 1998; ESPÍNDOLA et al, 2003).

Cada módulo complexo desempenha um papel análogo ao módulo correspondente da elasticidade clássica. Ele reúne, contudo, numa só notação complexa, não só a representação das características elásticas mas também das características dissipativas do material. As características elásticas são descritas pelo módulo real de elasticidade, enquanto as características dissipativas são descritas pelo fator de perda correspondente. Essas propriedades são conhecidas como propriedades dinâmicas.

Para a completa determinação dos módulos complexos de um material viscoelástico, ao longo de amplas faixas de frequência e temperatura, existem duas etapas. A primeira é experimental e visa obter dados relativos às propriedades dinâmicas, ensaiando o material através de um método específico, em diferentes valores de frequência e temperatura. A segunda é analítica e numérica, em que se faz o processamento e a análise dos dados coletados, para realizar a sua consolidação, de forma que o material seja, do ponto de vista dinâmico, satisfatoriamente caracterizado.

O presente trabalho visa analisar, através de técnicas estatísticas, o comportamento dinâmico em frequência e temperatura de um material viscoelástico típico, de modo a melhor compreender a estrutura dos dados coletados experimentalmente. Amostras do material, E-A-R ISODAMP C-1002 (denominação comercial) de uso corrente em controle passivo de vibrações, foram ensaiadas em um equipamento específico, da marca NETZSCH, modelo DMA 242C, com porta amostra em tração. Esse equipamento, com essa configuração, permitiu a realização do ensaio em tração com as amostras, fornecendo as propriedades dinâmicas para temperaturas e frequências previamente escolhidas.

As frequências escolhidas, face à faixa disponível no equipamento, foram as de 0,1Hz; 0,2Hz; 0,5Hz; 1Hz; 2Hz; 5Hz; 10Hz; 20Hz; 50Hz e 100Hz, enquanto as temperaturas foram as de -40°C; -20°C; -10°C; 0°C; 10°C; 20°C e 50°C. As propriedades dinâmicas foram obtidas sob temperatura constante, respeitando-se um tempo mínimo de 30 minutos para a estabilização das propriedades em cada temperatura de ensaio.

A determinação experimental de propriedades dinâmicas pelo equipamento mencionado acima pode ser realizada com as amostras em tração, flexão em três pontos, flexão com engaste único, flexão com duplo engaste, cisalhamento e compressão. Há trabalhos em que materiais viscoelásticos foram testados por ensaios de flexão em três pontos, como no caso de Bociaga e Jaruga (2007), Wittler et al (2000) e Lima et al (2006). Há também trabalhos com casos de ensaios em compressão, como em Denay et al (2010) e Jaunich et al (2010). Para ensaios em tração, há os trabalhos de Dall'Antonia et al (2006), Meyer et al (2006), Moreno et al (2006), Silva et al (2006) e Oliveira et al (2007). Todos esses trabalhos relataram resultados satisfatórios. Nenhum deles, entretanto, foi conduzido da mesma forma

que o presente trabalho, no que diz respeito à estabilização das propriedades dinâmicas nas temperaturas de ensaio, e nem se deteve em analisar mais profundamente os resultados obtidos através de técnicas estatísticas, como se fez aqui. O conteúdo desse trabalho será exposto da seguinte forma.

O capítulo 2 expõe os conceitos gerais aplicados à caracterização dinâmica de materiais viscoelásticos, apresentando os principais aspectos de interesse de um material viscoelástico e a descrição por módulos complexos de elasticidade e cisalhamento. São expostos também os efeitos dos fatores (variáveis) frequência e temperatura sobre as propriedades dinâmicas e o modo através do qual elas podem ser representadas para uso em projetos de controle passivo de vibrações.

Já o capítulo 3 dedica-se à apresentação das técnicas estatísticas aplicadas aos dados experimentais. São introduzidos os conceitos de amostra, média amostral, variância amostral e coeficiente de variação, bem como os cálculos de intervalos de confiança e de tamanho de amostra. As abordagens paramétrica (experimento fatorial) e não paramétrica (teste não paramétrico de Friedman), também são expostos.

No capítulo 4, são apresentados o material e os métodos experimentais utilizados. São descritos ainda a seleção das frequências e temperaturas empregadas, a condução do experimento e a obtenção dos dados de interesse.

Os resultados alcançados, e sua correspondente discussão, estão contidos no capítulo 5. Tabelas e gráficos são extensivamente utilizados.

Por fim, no capítulo 6, são relacionadas as conclusões e os comentários finais, junto com as propostas para trabalhos futuros.

2 CARACTERIZAÇÃO DINÂMICA DE MATERIAIS VISCOELÁSTICOS

A Reologia é a ciência da deformação e do fluxo de matéria e contempla a modelagem matemática do comportamento de materiais. Essa modelagem conduz, via de regra, a equações tensão-deformação denominadas equações constitutivas reológicas (NASHIF et al, 1985). Segundo Pritz (1998), todos os materiais sólidos reais possuem propriedades elásticas e de amortecimento, sendo o amortecimento a capacidade de dissipar energia mecânica durante uma deformação dinâmica de qualquer tipo.

Os materiais viscoelásticos são aqueles que, quando deformados, apresentam um comportamento entre os modelos elástico e viscoso. Os materiais ditos elásticos são aqueles que se deformam imediatamente quando aplicada uma tensão, e quando esta é retirada, retornam à sua forma e ao seu volume originais. A energia de deformação também é recuperada neste momento, estando este tipo de comportamento relacionado ao armazenamento de energia. Segundo a lei de Hooke, um material é dito linearmente elástico quando a tensão é proporcional à deformação, mas independente da taxa de deformação.

Já o conceito de materiais viscosos diz respeito àqueles que se deformam continuamente quando submetidos a uma tensão, e não retornam ao seu estado original quando esta é retirada, comportamento este que está relacionado à dissipação de energia. De acordo com a lei de Newton, a tensão é diretamente proporcional a taxa de deformação, porém independente da deformação em si.

Apesar do comportamento de muitos sólidos se aproximar da lei de Hooke para deformações infinitesimais e o de muitos líquidos se aproximar da lei de Newton para taxas de deformação infinitesimais, em outras condições, observam-se divergências significativas que podem ser distinguidas em dois tipos como exposto por Ferry, (1952, 1980).

A primeira é observada quando se tem deformações finitas aplicadas em sólidos, conduzindo a relações tensão-deformação não elementares (deformações inelásticas). Da mesma forma, quando em escoamento estacionário com taxas de deformação finitas, muitos fluidos exibem desvios da lei de Newton (escoamento não newtoniano). Ressalte-se que a divisão entre infinitesimal e finito depende do nível de exatidão considerado e varia conforme o material.

A segunda é observada quando, mesmo com deformações e taxas de deformação infinitesimais, um material exibe um comportamento que combina características elásticas e viscosas (FERRY, 1980). Um corpo desse material não mantém deformação constante sob tensão constante, mas se deforma lenta e progressivamente com o tempo, sendo esta propriedade denominada de *creep* ou fluência, ou ainda, deformação lenta. Verifica-se também que, quando o corpo é submetido a uma deformação constante a tensão necessária para manter essa deformação decresce gradativamente, observando-se a propriedade denominada de relaxação. Esse corpo pode armazenar parte da energia internamente ao mesmo tempo em que flui sob deformação constante (em vez de dissipar tudo em forma de calor) e pode também devolver parte da deformação quando a tensão é retirada.

Quando um elemento do material descrito acima é submetido a uma tensão harmônica, a deformação não está em fase com a tensão, como no caso de um sólido perfeitamente elástico, e nem está defasada de 90°, como ocorreria no caso de um líquido completamente viscoso, mas está entre estas condições. O valor do ângulo de fase depende da frequência e da temperatura (GNATOWSKI e KOSZKUL, 2006). Uma parte da energia é armazenada e recuperada em cada ciclo e outra parte é dissipada em forma de calor.

Materiais que exibem as características elencadas nos parágrafos anteriores são ditos viscoelásticos. Se a deformação e a taxa de deformação forem infinitesimais e a relação tensão-deformação (equação constitutiva reológica) puder ser descrita por equações diferenciais lineares, ter-se-á o comportamento viscoelástico linear.

Uma das representações mais conhecidas entre tensão e deformação para materiais viscoelásticos é expressa pela seguinte equação (NASHIF et al, 1985)

$$\sigma + \left(\sum_{n=1}^{\infty} a_n \frac{d^n \sigma}{dt^n} \right) = b_0 \epsilon + \left(\sum_{n=1}^{\infty} b_n \frac{d^n \epsilon}{dt^n} \right) \quad (2.1)$$

onde σ é a tensão, ϵ é a deformação, t é o tempo e a_n , b_0 e b_n são constantes do material. Nessa representação, tanto a tensão quanto a deformação são, de forma geral, funções do tempo, o que está implícito acima.

Em tese, são necessárias todas as derivadas para se descrever materiais reais. Porém, em muitos casos, um número finito de termos já fornece uma boa aproximação. À relação descrita pela Eq. (2.1) entre tensão e deformação podem ser associados modelos mecânicos equivalentes, constituídos por molas e amortecedores (SNOWDON, 1968).

Segundo a teoria clássica da elasticidade (SNOWDON, 1968; HIBBELER, 2008) existem dois tipos de deformações elementares e fundamentais que um material elástico pode sofrer, representadas por dois módulos independentes. Um deles é o módulo de cisalhamento G , que descreve a deformação ao cisalhamento, em que o material muda de forma mas não muda de volume. O outro é o módulo volumétrico B , que descreve a deformação volumétrica, em que o material muda de volume mas não muda de forma. Normalmente, a deformação sofrida por um material é um misto das duas deformações descritas acima, porém uma delas pode predominar.

Conhecidos os módulos de cisalhamento e volumétrico, pode-se determinar o módulo de elasticidade (ou Young) E do material por

$$E = \frac{9BG}{3B + G} \quad (2.2)$$

Para um material linearmente elástico, a relação entre tensão e deformação é tal que

$$\sigma = E \epsilon \quad (2.3)$$

Observa-se que essa relação pode ser considerada um caso especial da eq. (2.1), com $b_0 = E$, e todas as demais constantes iguais a zero.

Já a relação entre a deformação longitudinal de uma barra do material em tração/compressão e a deformação lateral resultante é descrita pelo coeficiente de Poisson ν , cuja expressão é

$$\nu = \left(\frac{E}{2G} \right) - 1 \quad (2.4)$$

O conhecimento desses módulos de elasticidade, o de cisalhamento e o volumétrico, é suficiente para descrição dos estados de tensão e deformação de materiais homogêneos e isotrópicos em sua região de comportamento elástico.

A abordagem exposta acima pode ser estendida para materiais viscoelásticos, descritos pela Eq. (2.1), pelo conceito de módulos complexos (SNOWDON, 1968). Esses módulos resultam da aplicação da transformada de Fourier à Eq. (2.1), que conduz a uma relação entre a tensão e a deformação no domínio da frequência, dada por (NASHIF et al, 1985)

$$\frac{M(\omega)}{M(\omega)} = \frac{b_0 + \sum_{n=1}^{\infty} (i\omega)^n b_n}{1 + \sum_{n=1}^{\infty} (i\omega)^n a_n} \quad (2.5)$$

onde ω é a frequência angular do carregamento.

A razão (2.5) é complexa, sendo a descrição no domínio da frequência justificada pelo fato de que grande parte dos problemas de controle passivo de vibrações e ruídos por materiais viscoelásticos é resolvida naquele domínio (SNOWDON, 1968; NASHIF et al, 1985; PRITZ, 2000).

Assim os módulos elásticos (e reais) da elasticidade clássica podem ser substituídos, na descrição do comportamento dinâmico de materiais viscoelásticos no domínio da frequência, pelos módulos complexos correspondentes. As quantidades complexas representam tanto as características elásticas, através de suas partes reais, quanto as características dissipativas, através das partes imaginárias (SNOWDON, 1968, NASHIF et al, 1985).

Desta forma, o módulo complexo de elasticidade (ou Young) \bar{E} de um dado material viscoelástico pode ser escrito como

$$\bar{E} = E_R + iE_I \quad (2.6)$$

onde E_R é o módulo real de elasticidade e E_I é o módulo imaginário de elasticidade.

Pode-se definir o fator de perda η como sendo a razão entre o módulo imaginário e o módulo real, ou seja,

$$\eta = E_I/E_R \quad (2.7)$$

Desta forma, escreve-se o módulo complexo de elasticidade como sendo

$$\bar{E} = E_R(1 + i \eta) \quad (2.8)$$

De forma análoga, pode-se escrever o módulo complexo de cisalhamento \bar{G} como sendo

$$\bar{G} = G_R(1 + i \eta_G) \quad (2.9)$$

onde G_R é o módulo real de cisalhamento, G_I é o módulo imaginário de cisalhamento e $\eta_G = G_I/G_R$ é o fator de perda ao cisalhamento.

Os módulos reais e os fatores de perda são denominados propriedades dinâmicas do material viscoelástico.

2.1 EFEITOS DE FATORES EXTERNOS

A compreensão dos efeitos de fatores externos sobre o comportamento dinâmico dos materiais viscoelásticos é de suma importância para se implementar ações eficazes de controle de vibração e ruído. Em particular a variação das propriedades do material com esses fatores pode ser uma vantagem, visto que permite uma flexibilidade adicional ao projeto de controle.

Segundo Nashif et al (1985), os principais fatores que alteram o comportamento de um material viscoelástico são a temperatura, a frequência, a pré-carga estática e a amplitude de carga dinâmica. Em casos mais específicos, ou extremos, há que se considerar também o envelhecimento, a exposição a óleo e a

exposição à radiação, dentre outros. Contudo, os efeitos da temperatura e da frequência são, via de regra, na faixa linear, os mais destacados (JONES, 2001). Por isso, eles foram os escolhidos para serem estudados no presente trabalho.

2.1.1 Efeitos da Temperatura

Dos fatores externos que afetam as propriedades dinâmicas dos materiais viscoelásticos, a temperatura é considerada o de maior importância. Como ilustrado na figura 1, observam-se, em relação à temperatura, quatro regiões distintas referentes ao comportamento dinâmico.

A primeira região é denominada região vítrea e é onde o material atinge o valor máximo do módulo real de elasticidade, enquanto possui valores muito baixos de fator de perda. Nesta região, conforme aumenta a temperatura, o módulo real decai lentamente enquanto o fator de perda aumenta significativamente.

A segunda região é denominada região de transição. Nela, à medida que a temperatura aumenta, o módulo real de elasticidade decresce rapidamente, sendo que o fator de perda assume, aí, o seu valor máximo.

A terceira região, denominada região elástica, se caracteriza por tanto o módulo real quanto o fator de perda variarem lentamente com a temperatura e assumirem valores relativamente baixos.

Existe ainda uma quarta região, denominada região de fluência, porém ela é característica de poucos materiais. Nesta região, o módulo real continua caindo com o aumento da temperatura, enquanto o fator de perda volta a assumir valores altos.

Embora as quatro regiões sejam importantes para a total caracterização das propriedades dinâmicas do material, usualmente se utilizam somente as três primeiras (NASHIF et al, 1985). O exposto para o módulo real de elasticidade e o correspondente fator de perda também vale para as propriedades ao cisalhamento.

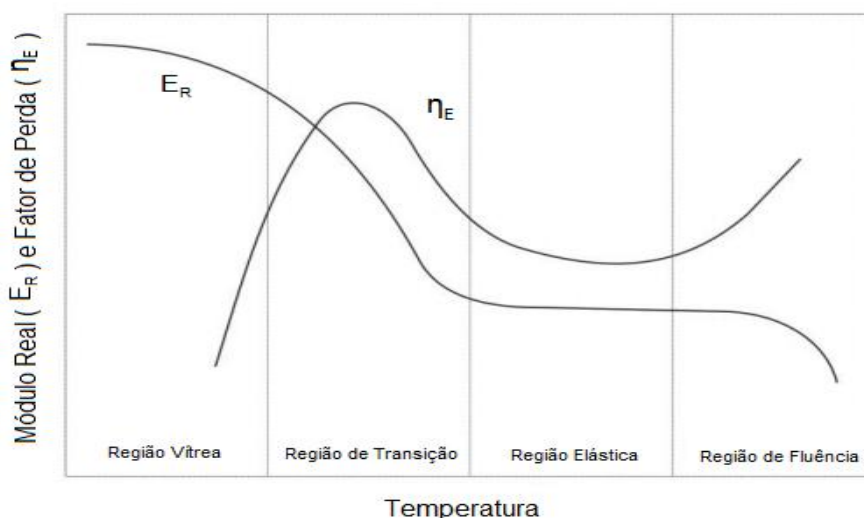


Figura 1— Variação típica do módulo real e do fator de perda com a temperatura.
(fonte: Nashif et al, 1985)

2.1.2 Efeitos da Frequência

O efeito em frequência mais importante é que, com o aumento da frequência, o módulo real sempre aumenta, mesmo que este aumento seja pequeno, como observado na região elástica e na região vítrea. O módulo real apresenta a maior variação na região de transição.

Já o fator de perda aumenta conforme aumenta a frequência na região elástica e assume seu valor máximo na região de transição, decrescendo a seguir com o aumento da frequência na região vítrea. O valor máximo atingido na região de transição ocorre na frequência conhecida como frequência de transição.

O comportamento em frequência é qualitativamente inverso ao comportamento em temperatura, ainda que sejam necessárias várias décadas em frequência para refletir uma mesma mudança oposta de comportamento provocada por alguns graus em temperatura. Para ilustrar este fenômeno, as variações de G_R e G_I de um material viscoelástico típico com a frequência e a temperatura são ilustradas, respectivamente nas figuras 2 e 3. Nessas figuras, as regiões I, II e III correspondem, pela ordem, às regiões vítrea, de transição e elástica.

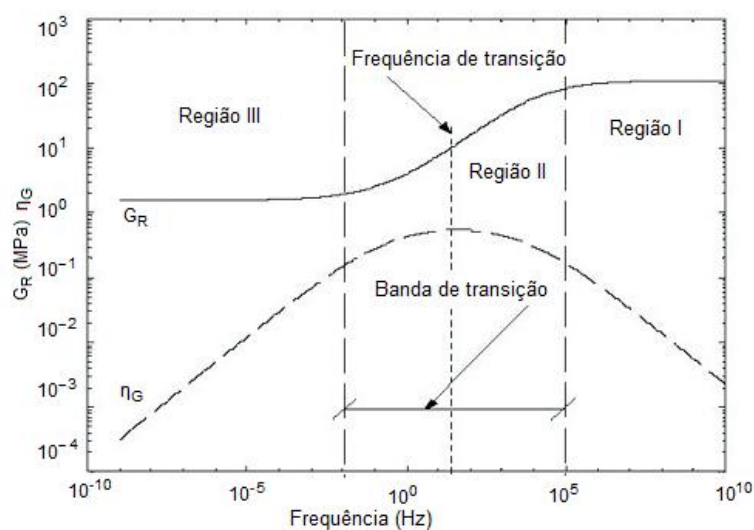


Figura 2 - Variação de G_R e η_G com a frequência
(fonte: Espíndola et al, 2005)

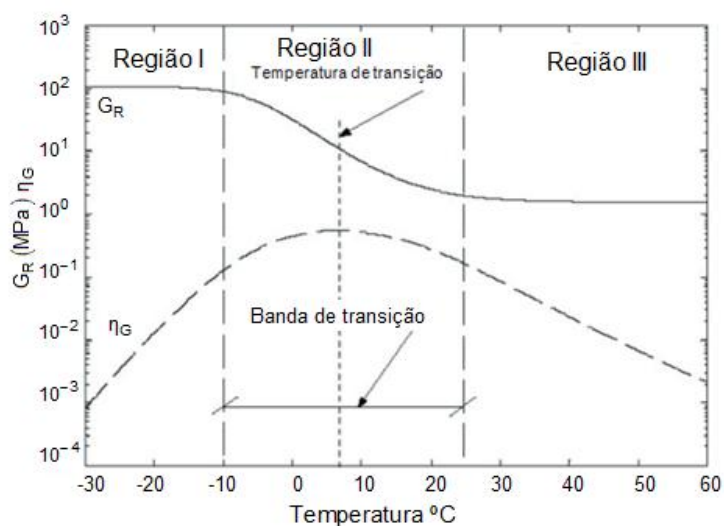


Figura 3 – Variação de G_R e η_G com a temperatura
(fonte: Espíndola et al, 2005)

O fenômeno em questão fornece a base para o enunciado do princípio da superposição frequência-temperatura de materiais viscoelásticos (FERRY, 1980; NASHIF et al, 1985), a ser abordado mais adiante.

Devido à dependência das características dinâmicas dos materiais viscoelásticos em temperatura e frequência, denotam-se os módulos complexos como funções destas variáveis. Desta forma, o módulo complexo de elasticidade \bar{E} é denotado como

$$\bar{E}(\omega, T) = E_R(\omega, T)[1 + i \eta_E(\omega, T)] \quad (2.10)$$

onde ω é a frequência angular em rad/s e T é a temperatura.

Já o módulo complexo de cisalhamento \bar{G} é denotado por

$$\bar{G}(\omega, T) = G_R(\omega, T)[1 + i \eta_G(\omega, T)] \quad (2.11)$$

Face a analogia com a teoria clássica da elasticidade, tem-se que o módulo complexo de cisalhamento se relaciona com o módulo complexo de elasticidade e com o coeficiente de Poisson da seguinte forma (LAKES, 1999)

$$\bar{\nu}(\omega, T) = \frac{\bar{E}(\omega, T)}{2\bar{G}(\omega, T)} - 1 \quad (2.12)$$

onde \bar{G} é o módulo complexo de cisalhamento, \bar{E} é o módulo complexo de elasticidade e $\bar{\nu}$ é o coeficiente complexo de Poisson.

Para materiais viscoelásticos típicos, o coeficiente de Poisson é, usualmente, assumido como sendo real e aproximadamente igual a 0,5. Decorre, então, que (GENT, 2001)

$$E_R(\omega, T) \approx 3G_R(\omega, T) \quad (2.13)$$

$$\eta_E(\omega, T) \approx \eta_G(\omega, T) \quad (2.14)$$

Estudos mais recentes, contudo, não compartilham destas hipóteses (PRITZ, 1998; PRITZ, 2007; MOTT et al, 2008).

2.3 CURVAS MESTRES

Como mencionado anteriormente, é necessário obter uma caracterização dinâmica ampla de materiais viscoelásticos, para utilizá-los em aplicações de controle de vibrações e ruídos. Ou seja, é necessário conhecer o seu comportamento dinâmico em largas faixas de frequência e temperatura. O que se faz então, é, a partir de dados experimentais limitados, utilizar o princípio da superposição frequência-temperatura para obter uma caracterização completa.

Esse princípio se apoia no fato de que as dependências em frequência e temperatura podem ser relacionadas, o que permite que a dependência em uma única variável composta, que combina os efeitos da frequência e da temperatura, seja estabelecida (JONES, 1989). Assim, as diversas curvas de propriedades dinâmicas, obtidas em experimentos, como mostrado na figura 4, podem ser superpostas em uma temperatura de referência T_0 , por meio de deslocamentos em frequência apropriados, um para cada temperatura, formando uma curva mestre para cada propriedade dinâmica.

Os materiais viscoelásticos que seguem o princípio da superposição frequência-temperatura são conhecidos como termoreologicamente simples e serão referenciados nesse texto como típicos. Para as propriedades dinâmicas destes materiais, valem as seguintes expressões

$$E_{R0}(\omega_R) = \left(\frac{T_0}{T} \right)^0 E_R(\omega, T) \quad (2.15)$$

$$(\eta_E)_0(\omega_R) = \eta_E(\omega, T) \quad (2.16)$$

onde E_{R0} é o módulo real de elasticidade na temperatura de referência T_0 , $(\eta_E)_0$ é fator de perda em T_0 , T é temperatura, ω é frequência angular, ρ é a densidade, ρ_0 é a densidade em T_0 e ω_R é a variável composta antes mencionada, conhecida como frequência reduzida. A frequência reduzida ω_R é igual a $\omega_T(T)\tilde{\omega}$, sendo ω_T o fator de

deslocamento, cujos valores são $0 < \tau < 1$ para $T > T_0$, $\tau = 1$ para $T = T_0$ e $\tau > 1$ para $T < T_0$.

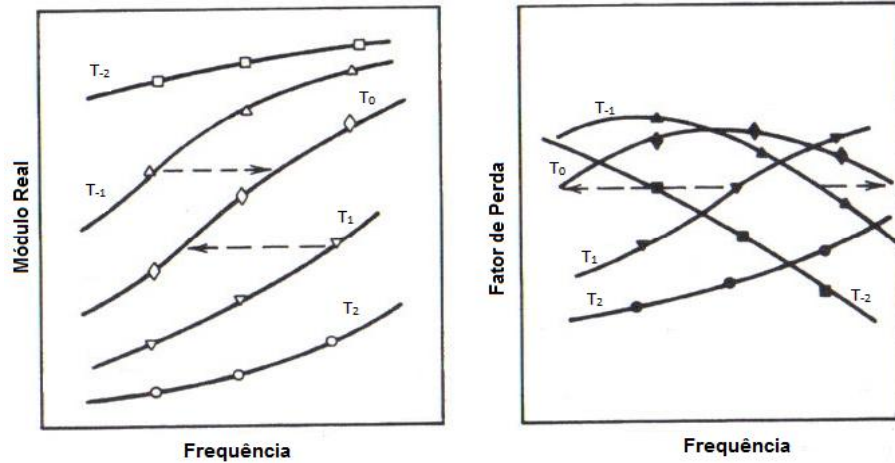


Figura 4 – Variação experimental das propriedades dinâmicas em frequência e temperatura.
(fonte: Nashif et al, 1985)

As expressões (2.15) e (2.16) estabelecem que, exceto por um fator dado por (T_0/T) para o módulo real, as propriedades dinâmicas numa frequência e numa temperatura T são iguais às propriedades dinâmicas a uma frequência composta ω_R , à temperatura de referência T_0 .

Cada τ produz uma variação em frequência equivalente à alteração em temperatura de T para T_0 (vide figura 4). Desta forma, a frequência e a temperatura dão lugar à variável composta ω_R , dita frequência reduzida, que combina os efeitos da temperatura e frequência.

O diagrama de frequência reduzida, resultante da superposição das curvas, pode ser observado na figura 5.

O afirmado anteriormente também vale para o módulo real de cisalhamento e o fator de perda correspondente.

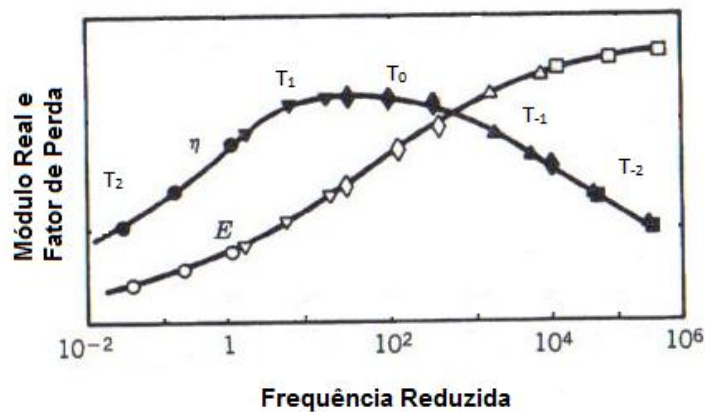


Figura 5 – Diagrama de frequência reduzida.
(fonte: Nashif et al, 1985).

Ressalta-se que a determinação do fator de deslocamento Γ_T é de importância crucial para o processo de redução de curvas. Após estudos realizados com vários materiais, estabeleceu-se uma equação universal Γ_T versus $T-T_0$, que é utilizada para se representar o fator de deslocamento. Essa equação, de caráter empírico, é conhecida como equação Williams-Landel-Ferry (WLF) e dada por (JONES, 2001)

$$\log_{10} \Gamma_T(T) = \frac{-a_1(T - T_0)}{a_2 + T - T_0} \quad (2.17)$$

onde a_1 e a_2 são parâmetros a serem determinados para cada material. Um gráfico típico de fator de deslocamento é apresentado na figura 6.

Algumas outras formas de função de deslocamento são dadas pelo modelo de Arrhenius (JONES, 2001), métodos estatísticos e abordagem interativa (OYADIJI e TOMLINSON, 1991).

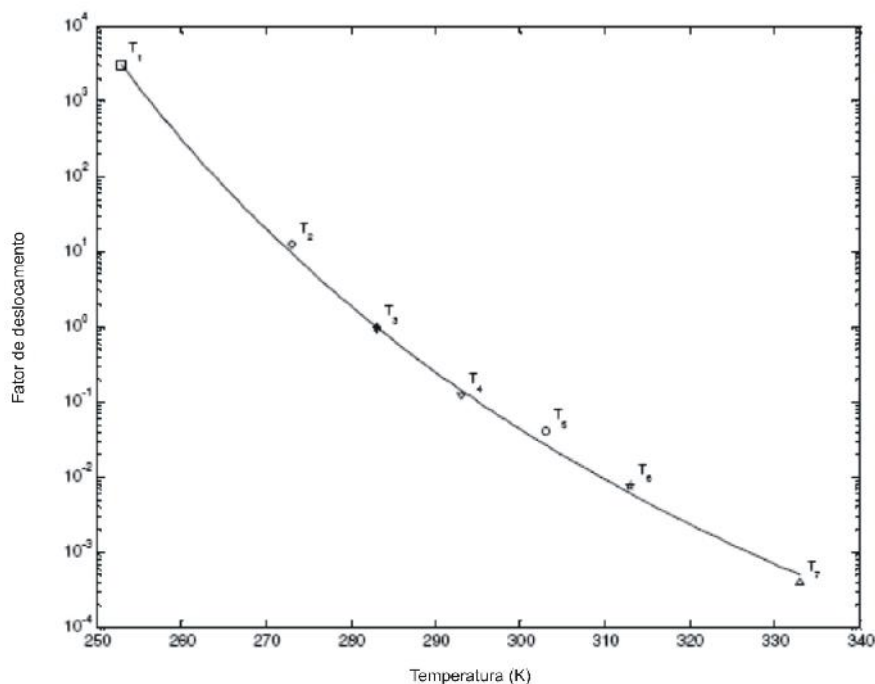


Figura 6 – Fator de deslocamento versus temperatura
(fonte: Espíndola et al, 2005)

Uma vez consolidadas, as curvas das propriedades dinâmicas dos materiais viscoelásticos podem ser apresentadas, de forma bastante conveniente, em um gráfico específico, conhecido como nomograma de frequência reduzida (JONES, 1978; NASHIF et al, 1985; JONES, 2001). Um nomograma de frequência reduzida é um gráfico, em escala logarítmica, que representa as relações entre as propriedades dinâmicas e suas variáveis. Nele, as propriedades dinâmicas são lidas na escala vertical à esquerda, ao passo que a frequência é lida na escala vertical à direita e a temperatura na escala horizontal superior. A variável composta frequência reduzida é lida na escala horizontal inferior. Um nomograma típico é ilustrado na figura 7.

Para se determinar o módulo real de elasticidade e o fator de perda correspondente no nomograma, é necessário traçar uma linha horizontal a partir da frequência de interesse, até cruzar com a linha inclinada da temperatura desejada. A partir desse ponto de interseção, é traçada uma linha vertical que intercepta as curvas do módulo real e do fator de perda, cujos valores podem ser lidos na escala à esquerda do nomograma.

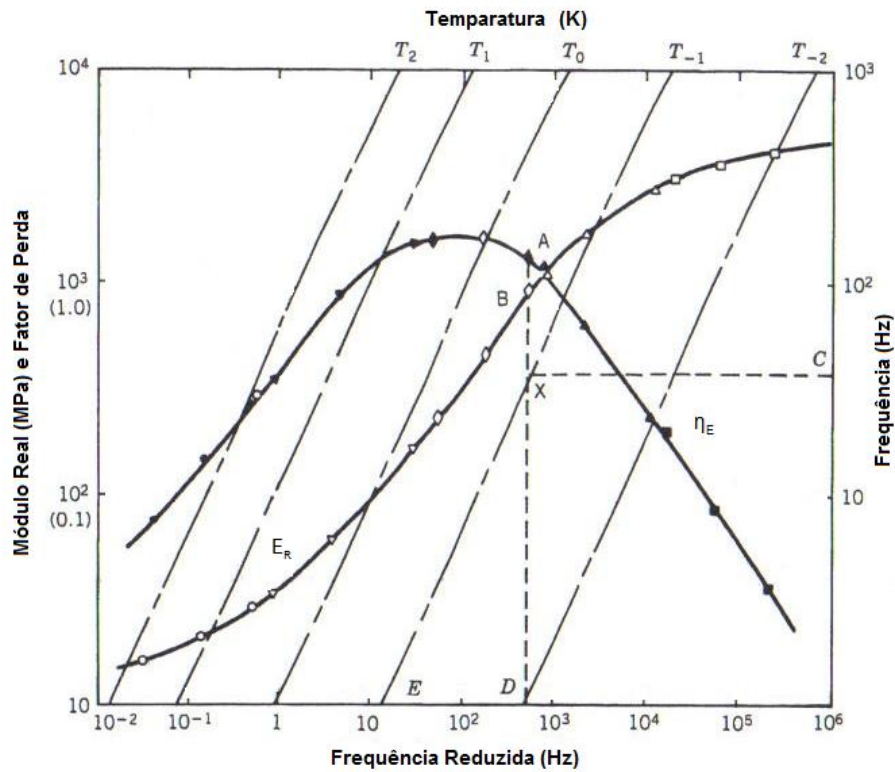


Figura 7 – Nomograma de frequência reduzida
(fonte: NASHIF et al, 1985)

Com o nomograma, é possível representar os dados de forma bastante útil, ao longo de amplas faixas de frequência e temperatura, viabilizando-se a representação pelos módulos complexos para uso em projetos de controle de vibração e ruído.

Expressões analíticas, baseadas no cálculo fracionário, podem ser ajustados às curvas de propriedades dinâmicas (LOPES et al, 2004; ESPÍNDOLA et al, 2005). Para o módulo complexo de elasticidade \bar{E} , essas expressões resultam da expressão (LOPES, 1998)

$$\bar{E}(\omega, T) = \frac{E_L + E_H \cdot {}_0[i_{-T}(T)]}{1 + {}_0[i_{-T}(T)]} \quad (2.18)$$

onde $E_L, E_H, {}_0$ e i_{-T} são parâmetros materiais, i_{-T} é o fator de deslocamento, ω é a frequência angular e T é a temperatura. Essas expressões facilitam ainda mais o uso das propriedades dinâmicas em projetos de controle (ESPÍNDOLA et al, 2008).

O uso do cálculo fracionário se dá na Eq. (2.1), substituindo-se as derivadas de ordem inteira da tensão e da deformação por derivadas de ordem fracionária, também ditas generalizadas. Com isso, uma descrição mais fidedigna e compacta é alcançada (NASHIF et al, 1985,; ESPÍNDOLA et al, 2005).

2.4 GRÁFICO WICKET (*WICKET PLOT*)

Antes de se realizar o processo de redução das curvas de propriedades dinâmicas, é recomendado verificar a qualidade dos dados experimentais obtidos. Como existe a possibilidade de se cometer algum tipo de erro na realização de um ensaio experimental, é importante utilizar alguma ferramenta que busque identificar se houve algo que desqualifique os resultados ou se, por outro lado, os resultados são consistentes.

Uma forma simples e largamente utilizada de se realizar essa verificação dos dados experimentais de materiais viscoelásticos é através do *Wicket Plot* (JONES, 2001). Trata-se de um gráfico confeccionado em escala logarítmica entre o fator de perda e a magnitude do módulo complexo, ou ainda entre o fator de perda e o módulo real. Os dois formatos podem ser vistos na figura 8. O uso de escala logarítmica acomoda a ampla gama de valores dos módulos de elasticidade exibida pela maioria dos materiais viscoelásticos. Com esta escala, é possível mostrar as várias ordens de grandeza necessárias em ensaios de caracterização dinâmica dos materiais poliméricos (JONES, 2001).

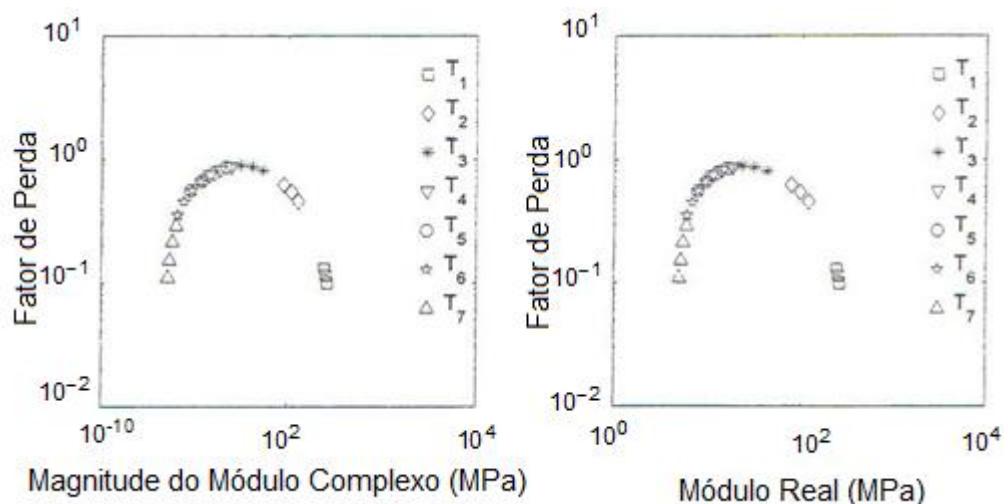


Figura 8 – *Wicket Plot* (a) forma padrão (b) forma usual
(fonte: Lopes, 1998)

Os pontos registrados no *Wicket Plot* devem descrever, para materiais típicos, uma curva única e contínua, em forma de U invertido, sem referência à frequência e à temperatura nas quais cada ponto foi obtido. Isto se deve ao fato de que, para esses materiais, o fator de perda e o módulo real são descritos por curvas características em relação à frequência e à temperatura e, portanto, também são relacionados entre si por uma curva característica. Os pontos que estiverem significativamente afastados desta curva podem ser considerados contaminados, seja por erros aleatórios, seja por erros sistemáticos (JONES, 2001).

3 TÉCNICAS ESTATÍSTICAS APLICADAS À ANÁLISE DE DADOS EXPERIMENTAIS

Na caracterização dinâmica de materiais viscoelásticos, ainda há várias questões que demandam maiores investigações. Entre elas, está o comportamento aleatório das propriedades dinâmicas que, como já exposto no capítulo anterior, dependem de forma marcante da temperatura e da frequência. De modo a lançar luzes sobre essa questão, o presente trabalho emprega algumas técnicas estatísticas de uso corrente, que são descritas na sequência.

3.1 DISTRIBUIÇÃO AMOSTRAL DAS MÉDIAS

Uma população é um conjunto de indivíduos que apresenta determinadas características comuns de interesse, que se deseja estudar. Uma amostra é um subconjunto de uma população, que deve ser representativa dessa. Por isto, para obter um resultado confiável, deve-se ter as características populacionais de interesse bem claras. Diferenças entre diferentes amostras provenientes da mesma população se devem à própria variação amostral.

A teoria da amostragem aborda o estudo das relações existentes entre uma população e as amostras dela extraídas (SPIEGEL, 1968). A amostragem é utilizada para extrair grandezas desconhecidas da população, como, por exemplo, a média e variância, denominadas de parâmetros populacionais. Estes são constantes na população, porém, quando se utiliza uma amostra para estimar estes parâmetros, eles passam a ser variáveis aleatórias, pois seu valor depende da amostra extraída. As grandezas amostrais correspondentes são conhecidas como estatísticas amostrais, ou simplesmente estatísticas.

Quando consideradas todas as possíveis amostras de tamanho n que podem ser retiradas de uma determinada população (com ou sem reposição), pode-se fazer, para cada amostra, o cálculo de uma estatística, que irá, como já observado, variar de amostra para amostra retirada. Deste modo, obtem-se a chamada

distribuição amostral dessa estatística. Se a estatística adotada for a média, ter-se-á, em correspondência, a distribuição amostral das médias, e assim para cada estatística em estudo. Neste trabalho, o interesse recai, inicialmente, sobre a distribuição amostral das médias.

Considere-se, então, que todas as possíveis amostras de tamanho n foram retiradas de uma população infinita, sem reposição. Então, o valor esperado (média) de \bar{X} , é o parâmetro μ , a média populacional, ou seja (SPIEGEL, 1968),

$$E(\bar{X}) = \mu_{\bar{x}} = \mu \quad (3.1)$$

enquanto a variância e o desvio padrão de \bar{X} são, respectivamente,

$$V(\bar{X}) = \frac{\sigma^2}{n} \quad (3.2)$$

$$\sigma_{\bar{x}} = \sqrt{V(\bar{X})} = \frac{\sigma}{\sqrt{n}} \quad (3.3)$$

onde σ^2 é a variância populacional e σ o desvio padrão correspondente.

Além disso, tem-se que o valor esperado da variância amostral S^2 é dada pelo parâmetro σ^2 , ou seja (SPIEGEL, 1968)

$$E(S^2) = \sigma^2 \quad (3.4)$$

sendo o estimador não viciado de σ^2 .

O desvio padrão da distribuição amostral de uma estatística é normalmente denominado seu erro padrão. Portanto, a Eq. (3.3) é também conhecida como erro padrão da média. A fórmula do erro padrão claramente demonstra que, quanto maior o tamanho de n , menor será o valor do erro padrão. Portanto, quanto maior o

tamanho da amostra, mais precisamente o estimador da média \bar{X} irá estimar o valor da média populacional μ (WONNACOTT e WONNACOTT, 1990).

Pelo teorema central do limite (GIBRA, 1973), caso a população tenha ou não distribuição normal com média μ e variância σ^2 , a distribuição das médias amostrais será, quando o tamanho de amostra for suficientemente grande, aproximadamente normal. Ou seja,

$$\bar{X} \approx N\left(\mu; \frac{\sigma^2}{n}\right) \quad (3.5)$$

Quando se conhece a variância populacional, emprega-se o resultado acima na especificação de intervalos de confiança para a média populacional. O que ocorre é que, via de regra, não se tem o conhecimento da variância populacional σ^2 (que é um valor constante na população e, por conseguinte, do desvio padrão). Isso leva a substituição desse último valor por S, o desvio padrão amostral, que é uma variável aleatória, pois depende da amostra selecionada. Assim, se obtém a estatística T, tal que

$$T = \frac{\bar{X} - \mu}{S / \sqrt{n}} \quad (3.6)$$

Pela literatura (MARTINS, 2010), a estatística T segue uma distribuição t de Student, com n-1 graus de liberdade, ou seja,

$$t_{n-1} = \frac{\bar{X} - \mu}{S / \sqrt{n}} \quad (3.7)$$

3.2 INTERVALO DE CONFIANÇA PARA MÉDIA SOB VARIÂNCIA DESCONHECIDA

Conforme dito anteriormente, a média amostral \bar{X} é uma variável aleatória e raramente coincide com μ , seu parâmetro populacional correspondente, tornando desejável o conhecimento da magnitude do desvio absoluto entre μ e \bar{X} , com uma probabilidade especificada. É necessário, então, determinar um intervalo que se espera que contenha o valor verdadeiro do parâmetro populacional μ com uma probabilidade específica. Esse intervalo é chamado de intervalo de confiança do parâmetro μ e a probabilidade específica denominada confiabilidade.

Para determinação de um intervalo de confiança, é fixado um nível de significância, para o qual existe $100(1 - \alpha)\%$ de confiabilidade de que o intervalo contenha o verdadeiro valor da média populacional. Ao se extrair várias amostras possíveis de uma mesma população e calcular o intervalo de confiança, espera-se que $100(1 - \alpha)\%$ dos intervalos de confiança calculados contenham o verdadeiro valor da média populacional.

No caso do presente estudo, não se conhece o parâmetro populacional σ . Portanto, deve-se utilizar o seu estimador S (desvio padrão amostral), que, ao contrário de σ , é uma variável aleatória.

Conforme exposto na seção 3.1, quando a variância populacional é desconhecida, a distribuição amostral das médias é dada por uma distribuição t de Student. Fixando o nível de confiança em $(1 - \alpha)$, ter-se-á os dados distribuídos conforme a figura 9.

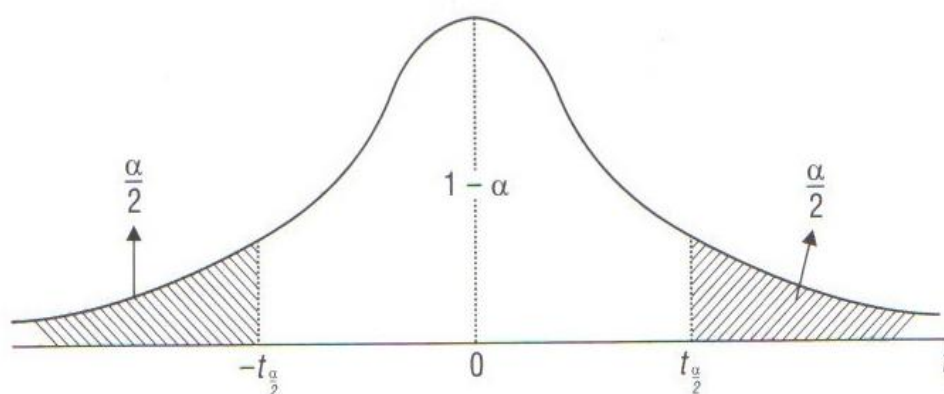


Figura 9 – Intervalo de confiança bilateral com distribuição t de Student
(fonte: Martins, 2010)

O intervalo de confiança para a média populacional quando a variância é desconhecida é dado por

$$\bar{x} - t_{/2, n-1} \cdot \frac{s}{\sqrt{n}} \leq \mu \leq \bar{x} + t_{/2, n-1} \cdot \frac{s}{\sqrt{n}} \quad (3.8)$$

ou seja,

$$P\left(\bar{x} - t_{/2, n-1} \cdot \frac{s}{\sqrt{n}} \leq \mu \leq \bar{x} + t_{/2, n-1} \cdot \frac{s}{\sqrt{n}}\right) = 1 - \quad (3.9)$$

onde \bar{x} é o valor da média amostral, t é o escore da distribuição t de Student com $(n - 1)$ graus de liberdade, correspondente à área de $100(1 -)$ %, sendo o nível de significância, s é o valor do desvio padrão amostral e n é o tamanho da amostra.

3.3 DETERMINAÇÃO DO TAMANHO DE AMOSTRA

Quando a relação entre o tamanho da população e o tamanho da amostra é muito grande, pode-se considerar aquela como infinita. As amostras do material ensaiado nesse trabalho foram todas obtidas de um mesmo lote, porém, não se tinha informação exata da quantidade populacional, que acreditou-se, era

suficientemente grande, por razões de fabricação. Portanto, considerou-se a população infinita. As variáveis de interesse, quais sejam, os módulos reais, os módulos imaginários e os fatores de perda, são variáveis contínuas, estando o interesse na estimativa da média das respostas.

A especificação de intervalos de confiança para a média populacional, quando a variância correspondente é conhecida, está associada à distribuição de $Z = (\bar{X} - \mu) / (\sigma / \sqrt{n})$, que é normal padrão, ou seja, $N(0,1)$, ao invés de estar associada à distribuição t de Student, que é utilizada nos casos de variância desconhecida, conforme apresentado na seção 3.2. Ao se estimar μ através de \bar{X} , o erro amostral $d = |\bar{x} - \mu|$ é menor que $z_{\alpha/2, n-1} \sigma / \sqrt{n}$, com $100(1 - \alpha) \%$ de confiabilidade. Isto é ilustrado graficamente na figura 10.

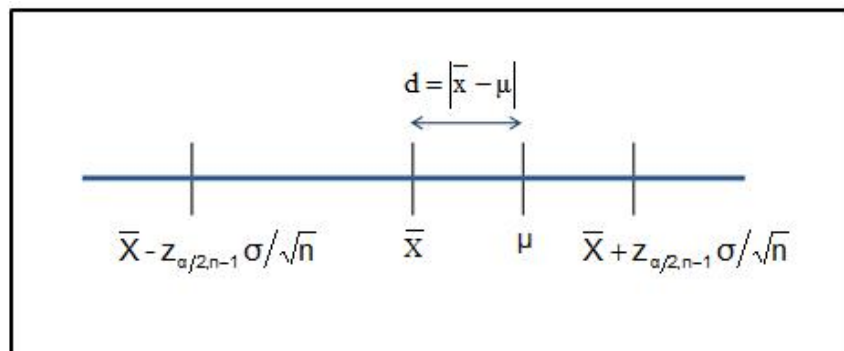


Figura 10 – Erro d na estimativa de μ e \bar{x}
(fonte: HINES e MONTGOMERY, 1990)

Nesta situação, onde o tamanho de amostra pode ser controlado, pode-se selecionar uma amostra de tamanho n com $100(1 - \alpha) \%$ de confiabilidade de que o erro na estimativa de μ seja menor que um erro especificado d . O tamanho n da amostra aleatória simples a ser selecionada da população é dado por (MARTINS, 2010; HINES e MONTGOMERY, 1990)

$$n = \left(\frac{z_{\alpha/2} \cdot \sigma}{d} \right)^2 \quad (3.10)$$

onde z é o escore da distribuição normal padrão, para um nível de confiança fixado em $100(1 - \alpha) \%$. Para nível de confiança de 90%, o valor de z é de 1,65; para 95%, o valor de z é de 1,96; para 99%, o valor de z é de 2,58. O parâmetro σ é o desvio padrão populacional, expresso na unidade da variável, enquanto d é a precisão fixada e também expressa na unidade da variável.

A precisão, ou erro amostral, é a máxima diferença admitida entre μ e \bar{x} , ou seja, $|\bar{x} - \mu| \leq d$, onde μ é o verdadeiro valor da média populacional e \bar{x} é o valor da média amostral, a ser calculado.

Quando não se tem conhecimento do valor do desvio padrão σ , parâmetro populacional, utilizou-se então, seu estimador S , parâmetro amostral. Sabe-se que, a rigor, quando a variância populacional é desconhecida, não existe uma fórmula simples para o cálculo do tamanho da amostra (MONTGOMERY et al, 2004). Deste modo, emprega-se, via de regra, a estratégia de utilizar a mesma equação válida para o cálculo de amostra com variância conhecida, sem alterar a distribuição de probabilidade.

Contudo, não é possível determinar o valor do desvio padrão antes de serem realizados os ensaios. Uma solução é expressar o erro amostral d , em função do desvio padrão amostral. Caso se fixe o erro como sendo um terço do desvio padrão, amostral, ou seja, $d = S/3$, tem-se que

$$n = \left(\frac{z_{\alpha/2} \cdot S}{S/3} \right)^2 \Rightarrow n = (z_{\alpha/2} \cdot 3)^2 \quad (3.11)$$

onde z é o escore da distribuição normal padrão, para um nível de $100(1 - \alpha) \%$ de confiança, e n é o tamanho da amostra aleatória simples a ser selecionada da população.

3.4 COEFICIENTE DE VARIAÇÃO

O coeficiente de variação é, como o próprio nome antecipa, uma medida de variação ou dispersão, porém, é uma medida relativa de dispersão. A dispersão real é determinada pelo desvio padrão, ou por qualquer outra medida equivalente de dispersão, que é denominada dispersão absoluta. Já o coeficiente de variação é utilizado para estimar a precisão de um experimento, ou seja, para saber se o desvio padrão calculado é grande ou pequeno. Isto é possível porque o coeficiente expressa a variabilidade dos dados, sem considerar a influência da ordem de grandeza da variável resposta.

Portanto, o coeficiente de variação é a dispersão relativa tal que

$$\text{Dispersão Relativa} = \frac{\text{Dispersão Absoluta}}{\text{Média}} \quad (3.12)$$

Como a dispersão absoluta é dada pelo desvio padrão S e a média é dada por \bar{X} , a dispersão relativa será o coeficiente de variação, expresso como

$$\text{Coeficiente de Variação} = CV = \frac{S}{\bar{X}} \quad (3.13)$$

O valor desse coeficiente é normalmente descrito em porcentagem e expressa a variabilidade dos dados em relação a média. Quanto menor o CV, mais homogêneo será o conjunto de dados. Portanto ele será um número positivo se a média for positiva e será igual a zero se não houver variabilidade entre os dados.

3.5 EXPERIMENTOS FATORIAIS

Segundo Montgomery (2005), pode-se definir um experimento como sendo um teste ou uma série de testes no qual são aplicadas mudanças intencionais nas variáveis de entrada de um processo ou sistema, para que se possa observar e

identificar as razões para possíveis mudanças que venham a ocorrer na resposta, ou saída correspondente. Este procedimento é muito importante para conhecer um processo ou sistema e atuar da melhor forma possível em melhorias ou nas necessidades do mesmo. Ao realizar um experimento, os envolvidos devem ter total domínio do problema e controle e monitoramento na realização dos ensaios, já que um erro pode invalidar o resultado dos testes.

Na teoria do planejamento de experimentos, um fator é uma causa de variação conhecida e de interesse na pesquisa e um nível é uma subdivisão de um fator. As variáveis que sofrem algum efeito no experimento, e cujos comportamentos são de interesse no estudo, são chamadas de variáveis de resposta. Tratamentos são as combinações entre os níveis dos fatores, sendo que cada combinação é conhecida como um tratamento. Já a repetição é o processo de reproduzir cada um dos tratamentos no experimento. Através deste procedimento, é possível identificar uma estimativa do erro experimental. Uma unidade experimental é o sistema ou processo que irá sofrer a aplicação dos fatores de variação e fornecerá a resposta para o experimento.

Os fatores podem ser de efeitos fixos ou aleatórios. Os fatores de efeitos fixos são aqueles em que são fixados os níveis do fator, havendo interesse somente nos efeitos causados nos níveis fixados de determinado fator. Efeitos aleatórios são valores aleatórios associados aos níveis de um fator aleatório. Esses valores, que são específicos para um determinado nível de um fator aleatório, normalmente representam desvios aleatórios a partir das relações descritas pelos efeitos fixos.

Os experimentos que combinam dois ou mais fatores, que geralmente possuem diferentes níveis, são chamados experimentos fatoriais. Neste tipo de experimento, os fatores variam juntos. Na caracterização dinâmica de materiais viscoelásticos, os fatores controlados de interesse primordial são a temperatura e a frequência.

Conforme citado anteriormente, cada combinação de níveis de diferentes fatores constitui um tratamento. A tabela 1 ilustra o modelo geral da matriz de dados de um experimento fatorial, com a níveis do fator A, b níveis do fator B e n repetições. Cada repetição contém todas as (ab) combinações de tratamentos.

Tabela 1 - Modelo geral da matriz de dados para um experimento fatorial com dois fatores

Fator A	Fator B				Total	Média
	1	2	...	b		
1	$y_{111}, y_{112}, \dots, y_{11n}$	$y_{121}, y_{122}, \dots, y_{12n}$...	$y_{1b1}, y_{1b2}, \dots, y_{1bn}$	$y_{1..}$	$\bar{y}_{1..}$
2	$y_{211}, y_{212}, \dots, y_{21n}$	$y_{221}, y_{222}, \dots, y_{22n}$...	$y_{2b1}, y_{2b2}, \dots, y_{2bn}$	$y_{2..}$	$\bar{y}_{2..}$
\vdots	\vdots	\vdots	\vdots	\vdots	\vdots	\vdots
a	$y_{a11}, y_{a12}, \dots, y_{a1n}$	$y_{a21}, y_{a22}, \dots, y_{a2n}$...	$y_{ab1}, y_{ab2}, \dots, y_{abn}$	$y_{a..}$	$\bar{y}_{a..}$
Total	$y_{.1.}$	$y_{.2.}$...	$y_{.b.}$	$y_{...}$	
Média	$\bar{y}_{.1.}$	$\bar{y}_{.2.}$...	$\bar{y}_{.b.}$		$\bar{y}_{...}$

Fonte: Montgomery, 2005.

Devido ao comportamento característico dos módulos de elasticidade (real e imaginário) e do fator de perda, que sofrem forte influência dos fatores de variação, pode não ser possível identificar diferenças significativas entre os tratamentos através de um teste paramétrico, pois as respostas podem não atender aos pressupostos exigidos pelo teste. Estes pressupostos são a presunção de normalidade, variâncias constantes e independência nos resíduos do modelo.

3.6 ANÁLISE DE VARIÂNCIA

A análise de variância consiste em decompor a variação total das observações do experimento em partes que podem ser atribuídas a causas conhecidas e partes atribuídas a causas desconhecidas, o erro ou resíduo. O erro pode ocorrer em função do material que se está trabalhando ou ambiente em que o experimento é conduzido.

As observações da variável de resposta podem ser definidas pelo seguinte modelo matemático

$$y_{ijk} = \mu + \alpha_i + \beta_j + (\alpha\beta)_{ij} + \epsilon_{ijk} \quad (3.14)$$

onde y_{ijk} é a observação para o efeito do i -ésimo nível do fator A, j -ésimo nível do fator B e k -ésima repetição, ($k=1,\dots,n$), μ é uma constante, a média global de todos os efeitos, r_i é o efeito do i -ésimo nível do fator A ($i=1,\dots,a$), s_j é o efeito do j -ésimo nível do fator B ($j=1,\dots,b$), $(rs)_{ij}$ é o efeito da interação entre o i -ésimo nível do fator A e j -ésimo nível do fator B e v_{ijk} é o erro associado ao i -ésimo nível do fator A, j -ésimo nível do fator B e k -ésima repetição. Existem pressuposições para os erros, que serão vistas a seguir.

Sendo os níveis dos fatores escolhidos para realizar o experimento, o modelo será de efeitos fixos. Pode-se definir a estrutura da análise de variância para um experimento fatorial com dois fatores de efeitos fixos conforme a tabela 2.

Tabela 2 - Análise de variância para um experimento fatorial com dois fatores de efeitos fixos e n repetições

Causas de Variação	Graus de Liberdade	Soma de Quadrados	Quadrados Médios	F ₀ Calculado
A	a-1	SQA	SQA/a-1	QMA/QMRes
B	b-1	SQB	SQB/b-1	QMB/QMRes
AB	(a-1)(b-1)	SQAB	SQAB/(a-1)(b-1)	QMAB/QMRes
Resíduo	ab(n-1)	SQRes	SQRes/ab(n-1)	
Total	abn-1	SQTotal		

Fonte: Montgomery, 2005.

Para o cálculo da soma de quadrados, têm-se as seguintes expressões:

$$SQ_{Total} = \sum_{i=1}^a \sum_{j=1}^b \sum_{k=1}^r y_{ijk}^2 - \frac{y_{...}^2}{abn} \quad (3.15)$$

$$SQA = \sum_{i=1}^a \frac{y_{i..}^2}{bn} - \frac{y_{...}^2}{abn} \quad (3.16)$$

$$SQB = \sum_{j=1}^b \frac{y_{.j.}^2}{an} - \frac{y_{...}^2}{abn} \quad (3.17)$$

$$SQAB = \sum_{i=1}^a \sum_{j=1}^b \frac{y_{ij}^2}{n} - \frac{y_{...}^2}{abn} - SQA - SQB \quad (3.18)$$

$$SQRes = SQTotal - SQA - SQB - SQAB \quad (3.19)$$

A análise de variância é utilizada para testar hipóteses sobre os efeitos principais dos fatores A e B e da interação AB. Para o modelo de efeitos fixos, as hipóteses nulas a serem testadas são as seguintes:

Efeito do fator A

$$H_0: \mu_1 = \mu_2 = \dots = \mu_i = 0$$

$$H_1: \mu_i \neq 0 \text{ para pelo menos um } i$$

Efeito do fator B

$$H_0: \mu_1 = \mu_2 = \dots = \mu_j = 0$$

$$H_1: \mu_j \neq 0 \text{ para pelo menos um } j$$

Efeito da interação entre os fatores AB

$$H_0: (\mu_{ij})_{11} = (\mu_{ij})_{12} = \dots = (\mu_{ij})_{ij} = 0$$

$$H_1: (\mu_{ij})_{ij} \neq 0 \text{ para pelo menos um par } ij$$

Para realizar o teste dos efeitos dos fatores e da interação, utilizam-se as estatísticas de F_0 calculadas, cujas expressões se encontram na tabela da análise de variância.

A hipótese H_0 , conhecida como hipótese nula, do efeito do fator A, que é a suposição de que todos os efeitos de A são iguais a zero, será rejeitada com um nível de significância α , caso o valor de F_0 calculado seja maior que o valor de $f_{\alpha, a-1, ab(n-1)}$. Similarmente, a hipótese nula do efeito do fator B será rejeitada com um nível de significância α , se o valor de F_0 calculado for maior que o valor de $f_{\alpha, b-1, ab(n-1)}$. E, finalmente, a hipótese nula do efeito da interação AB será rejeitada com um nível de significância α , se o valor de F_0 calculado for maior que o valor de $f_{\alpha, (a-1)(b-1), ab(n-1)}$.

Porém, para utilizar o modelo matemático da análise de variância e poder inferir sobre os dados, existem pressuposições que devem ser atendidas a respeito dos resíduos do modelo. Estas devem ser avaliadas antes de realizar a análise.

A primeira deles diz respeito ao resíduo, que é definido como a diferença entre uma observação e a média de cada tratamento, conforme expresso por

$$e_{ijk} = y_{ijk} - \bar{y}_{ij}. \quad (3.20)$$

Os resíduos devem obedecer à distribuição normal com média zero e variância σ^2 , sendo independentes e identicamente distribuídos.

A normalidade pode ser testada pelo teste de Shapiro-Wilks ou Lilliefors, ou gráfico normal de probabilidade.

Os resíduos também devem ter variância comum (homocedasticidade). Esta pressuposição tem que ser avaliada em relação a cada um dos fatores do modelo. Faz-se a análise gráfica dos resíduos versus níveis do fator. Os resíduos devem ter a mesma amplitude de variação em todos os níveis do fator, para se confirmar a homocedasticidade.

Por fim deve ser verificada ainda a independência, que pode ser avaliada através de um gráfico de resíduos versus valores preditos do modelo. Os resíduos devem estar distribuídos de forma aleatória.

Quando os efeitos são significativos, existe a intenção de estudar o comportamento de um fator dentro dos níveis do outro. Para identificar onde se encontram as diferenças, pode-se utilizar o teste de Tukey.

3.7 TESTE NÃO PARAMÉTRICO DE FRIEDMAN

Quando os dados que se deseja analisar não seguem uma distribuição normal e não atendem aos pressupostos necessários para aplicação de um teste paramétrico, existe a alternativa de utilizar testes não paramétricos, que dispensam a pressuposição de normalidade dos dados.

Para o presente estudo, foi considerado o teste não paramétrico de Friedman, que é o correspondente não paramétrico da análise de variância para dois fatores. Trata-se de um teste utilizado para verificar se efetivamente os dados possuem variabilidade entre os tratamentos. Ele verifica se K amostras relacionadas pertencem à mesma população, ou seja, se existe diferença significativa entre os tratamentos. Como limitação, este teste não aceita a análise considerando o número de repetições, portanto utiliza-se a média de cada tratamento para sua realização.

Os dados devem ser alocados em uma tabela de duas entradas, com J linhas e K colunas. As colunas representam o fator principal comparado, ou as condições de variação, enquanto as linhas representam os conjuntos relacionados de amostras, que são chamados de blocos. Nos experimentos de interesse desse trabalho, tanto cada temperatura pode ser considerada um bloco (sendo, portanto disposta numa linha) e cada frequência um fator de variação (sendo disposta numa coluna) quanto o contrário.

A organização da tabela é muito importante, uma vez que disso depende a interpretação do resultado do teste. Um exemplo de tabela de dupla entrada é ilustrado na tabela 3, onde \bar{X} é a média das observações do tratamento, pois, conforme explicado, utiliza-se a média de cada tratamento em cada célula, por exigência do método.

Tabela 3 - Tabela de entrada para realização do teste de Friedman.

Fator A: Temperatura (°C)	Fator B: Frequência (Hz)									
	F1 0,1	F2 0,2	F3 0,5	F4 1	F5 2	F6 5	F7 10	F8 20	F9 50	F10 100
T1 -40	$\bar{X}_{1,1,1}$	$\bar{X}_{1,2,1}$	$\bar{X}_{1,3,1}$	$\bar{X}_{1,4,1}$	$\bar{X}_{1,5,1}$	$\bar{X}_{1,6,1}$	$\bar{X}_{1,7,1}$	$\bar{X}_{1,8,1}$	$\bar{X}_{1,9,1}$	$\bar{X}_{1,10,1}$
T2 -20	$\bar{X}_{2,1,1}$	$\bar{X}_{2,2,1}$	$\bar{X}_{2,3,1}$	$\bar{X}_{2,4,1}$	$\bar{X}_{2,5,1}$	$\bar{X}_{2,6,1}$	$\bar{X}_{2,7,1}$	$\bar{X}_{2,8,1}$	$\bar{X}_{2,9,1}$	$\bar{X}_{2,10,1}$
T3 -10	$\bar{X}_{3,1,1}$	$\bar{X}_{3,2,1}$	$\bar{X}_{3,3,1}$	$\bar{X}_{3,4,1}$	$\bar{X}_{3,5,1}$	$\bar{X}_{3,6,1}$	$\bar{X}_{3,7,1}$	$\bar{X}_{3,8,1}$	$\bar{X}_{3,9,1}$	$\bar{X}_{3,10,1}$
T4 0	$\bar{X}_{4,1,1}$	$\bar{X}_{4,2,1}$	$\bar{X}_{4,3,1}$	$\bar{X}_{4,4,1}$	$\bar{X}_{4,5,1}$	$\bar{X}_{4,6,1}$	$\bar{X}_{4,7,1}$	$\bar{X}_{4,8,1}$	$\bar{X}_{4,9,1}$	$\bar{X}_{4,10,1}$
T5 10	$\bar{X}_{5,1,1}$	$\bar{X}_{5,2,1}$	$\bar{X}_{5,3,1}$	$\bar{X}_{5,4,1}$	$\bar{X}_{5,5,1}$	$\bar{X}_{5,6,1}$	$\bar{X}_{5,7,1}$	$\bar{X}_{5,8,1}$	$\bar{X}_{5,9,1}$	$\bar{X}_{5,10,1}$
T6 20	$\bar{X}_{6,1,1}$	$\bar{X}_{6,2,1}$	$\bar{X}_{6,3,1}$	$\bar{X}_{6,4,1}$	$\bar{X}_{6,5,1}$	$\bar{X}_{6,6,1}$	$\bar{X}_{6,7,1}$	$\bar{X}_{6,8,1}$	$\bar{X}_{6,9,1}$	$\bar{X}_{6,10,1}$
T7 50	$\bar{X}_{7,1,1}$	$\bar{X}_{7,2,1}$	$\bar{X}_{7,3,1}$	$\bar{X}_{7,4,1}$	$\bar{X}_{7,5,1}$	$\bar{X}_{7,6,1}$	$\bar{X}_{7,7,1}$	$\bar{X}_{7,8,1}$	$\bar{X}_{7,9,1}$	$\bar{X}_{7,10,1}$

Fonte: Siegel (1956)

O teste consiste em determinar postos para cada observação nas linhas. Os postos são números atribuídos às observações, correspondentes à sua posição na

classificação em ordem crescente. Então, para a linha 1, é atribuído o posto 1 ao menor valor observado, sendo atribuído o posto 2 para o segundo menor valor observado e assim sucessivamente até o maior valor observado na linha 1. Depois, o mesmo processo é repetido para as demais linhas. O teste determina se é provável que as diferentes colunas de postos sejam oriundas da mesma população.

A hipótese nula testada é a de que as diferentes colunas de postos originam-se da mesma população, ou seja, não existe diferença significativa entre os tratamentos. Já a hipótese alternativa é de que pelo menos uma das amostras não seja oriunda da mesma população, ou seja, pelo menos uma das amostras difere significativamente de outra.

Se a hipótese nula for verdadeira, pode-se supor que a distribuição de postos em cada coluna é resultado do acaso, devendo-se esperar que todos os postos atribuídos apareçam em todas as colunas com a mesma frequência. Isto indicaria que, para qualquer grupo, é ao acaso em qual tratamento ocorre o maior valor observado e o menor valor observado.

Se os valores forem independentes dos tratamentos, o conjunto de postos em cada coluna representa uma amostra aleatória de distribuição retangular discreta e os postos totais de cada coluna serão quase iguais. Caso, por outro lado, os valores observados forem dependentes dos tratamentos, ou seja, a hipótese nula for falsa, então o posto total varia de uma coluna para outra.

O teste de Friedman determina se os totais dos postos nas colunas diferem significativamente. Para fazer o teste, é calculado o valor da estatística denotada por χ^2_r . Quando o número de linhas e/ou colunas não é muito pequeno, esta estatística é distribuída aproximadamente como um qui-quadrado com (K-1) graus de liberdade, de modo que (SIEGEL, 1956)

$$\chi^2_r = \frac{12}{JK(K+1)} \sum_{j=1}^K (R_j)^2 - 3J(K+1) \quad (3.21)$$

onde J é o número de linhas, K é o número de colunas, R_j é a soma dos postos na j -ésima coluna e o somatório $\sum_{j=1}^K$ indica a soma dos quadrados da soma dos postos sobre todas as K colunas.

Para verificar o resultado do teste, deve-se comparar a estatística χ^2_r com o valor observado χ^2_r da tabela de Siegel e Castellan (2006) (vide Anexo A), com $(K-1)$ graus de liberdade. Se o valor de χ^2_r calculado for igual ou maior que o valor observado na tabela para um determinado nível de significância, então rejeita-se a hipótese nula de que não existe diferença significativa entre os tratamentos.

Caso a hipótese nula seja rejeitada, recomenda-se complementar o teste com uma análise de comparações múltiplas, para saber quais tratamentos diferem entre si. No caso do teste de Friedman, calcula-se para cada par de tratamentos a diferença $|R_i - R_j|$, onde R_i e R_j representam as somas dos postos atribuídas aos tratamentos i e j , respectivamente, nos J blocos. Admite-se assim que

$$|R_i - R_j| \geq \tau_1 \quad (3.22)$$

A um nível de significância α , a diferença mínima significativa (d.m.s.), para esse nível é

$$d.m.s. = \tau_1$$

ou seja,

$$P_0(|R_i - R_j| \geq \tau_1) = \alpha$$

onde os valores de τ_1 podem ser obtidos na tabela de Campos (1983) (vide Anexo B). As diferenças observadas entre as somas dos postos que forem superiores a d.m.s. indicam diferenças significativas entre os tratamentos.

3.8 TESTE DE SHAPIRO-WILK

Como já antecipado na seção 3.6, para identificar se um determinado conjunto de dados é oriundo de uma distribuição normal, pode-se usar o teste de Shapiro-Wilk (SHAPIRO et al, 1968). As hipóteses testadas são

H_0 : Os dados seguem uma distribuição normal;

H_1 : Os dados não seguem uma distribuição normal.

A estatística de teste utilizada é dada por (ROYSTON, 1982)

$$W = \frac{\left(\sum_{i=1}^n a_i x_i \right)^2}{\sum_{i=1}^n (x_i - \bar{x})^2} \quad (3.23)$$

onde x_i é o i -ésimo menor número da amostra, e \bar{x} é a média amostral. A constante a_i é dada por

$$(a_1, \dots, a_n) = \frac{m^T V^{-1}}{(m^T V^{-1} V^{-1} m)^{1/2}} \quad (3.24)$$

onde $m^T = (m_1, \dots, m_n)$ denota o vetor de valores esperados da estatística de ordem normal padrão e $V = (v_{ij})$ corresponde à matriz de covariâncias $n \times n$ desta estatística de ordem, sendo n o tamanho de amostra.

Rejeita-se a hipótese H_0 a um nível de significância se o valor da estatística W calculada for menor que o valor da estatística W tabelada (ROYSTON, 1982) (vide Anexo C), ou se o p -valor for menor que o valor de .

Como observado nas seções anteriores, a identificação de normalidade é sempre importante.

4 MATERIAIS E MÉTODOS

4.1 EQUIPAMENTO DE COLETA DE DADOS

Para o levantamento das propriedades dinâmicas do material viscoelástico em estudo, utilizou-se um equipamento da marca NETZSCH modelo “DMA 242C” (DMA – Dynamic Mechanical Analysis) ilustrado na figura 11, equipado com o porta amostra em tração, conforme mostrado na figura 12. Esse equipamento, com essa configuração, permitiu a realização do ensaio em tração com as unidades experimentais (amostras), fornecendo as propriedades dinâmicas para temperaturas e frequências previamente escolhidas. O equipamento permite ainda a execução de ensaios de flexão em três pontos, flexão em *cantilever*, flexão em *dual cantilever*, cisalhamento e compressão. Selecionou-se o ensaio de tração em função das características e da faixa de variação estimada das propriedades dinâmicas do material investigado.

Como apresentado na figura 13, para o ensaio de flexão em três pontos, o equipamento possui um oscilador, que se move numa dada frequência em relação ao porta-amostra. Junto ao oscilador, há sensores de força e deslocamento, que, no ensaio de tração, permitem a determinação do módulo complexo de elasticidade \bar{E} pela seguinte expressão

$$\bar{E} = \frac{\text{força}}{\text{deslocamento}} * \frac{\text{comprimento da amostra}}{\text{seção transversal da amostra}} \quad (4.1)$$

Como os sinais de força e deslocamento possuem fases distintas, sua razão é convenientemente abordada em forma complexa, resultando num módulo de elasticidade também complexo (NETZSCH, 1994). Os módulos de elasticidade real e imaginário, bem como o fator de perda, são calculados diretamente pelo programa que acompanha o equipamento, com base na razão medida entre força e deslocamento e também nas informações de comprimento e seção transversal da amostra fornecidos pelo usuário, como indicado na Eq. (4.1).

Ressalta-se que, no ensaio de tração, são utilizados na Eq. (4.1) a força dinâmica atuante na amostra e o deslocamento correspondente. Há também uma força estática aplicada na amostra, mas essa só impede o deslocamento livre da amostra, quando aplicada a força dinâmica (SILVA et al, 2006).

Se, por um lado, a frequência em que a amostra oscila é a frequência do oscilador, a sua temperatura é a temperatura da pequena câmara em que ela fica inserida durante a realização dos ensaios. A temperatura da câmara é controlada, como também ilustra a figura 13.



Figura 11 – Equipamento Netzsch DMA 242C
(fonte: Netzsch, 1994)



Figura 12 – Porta amostra do ensaio de tração do equipamento Netzsch DMA 242C
(fonte: Netzsch, 1994)

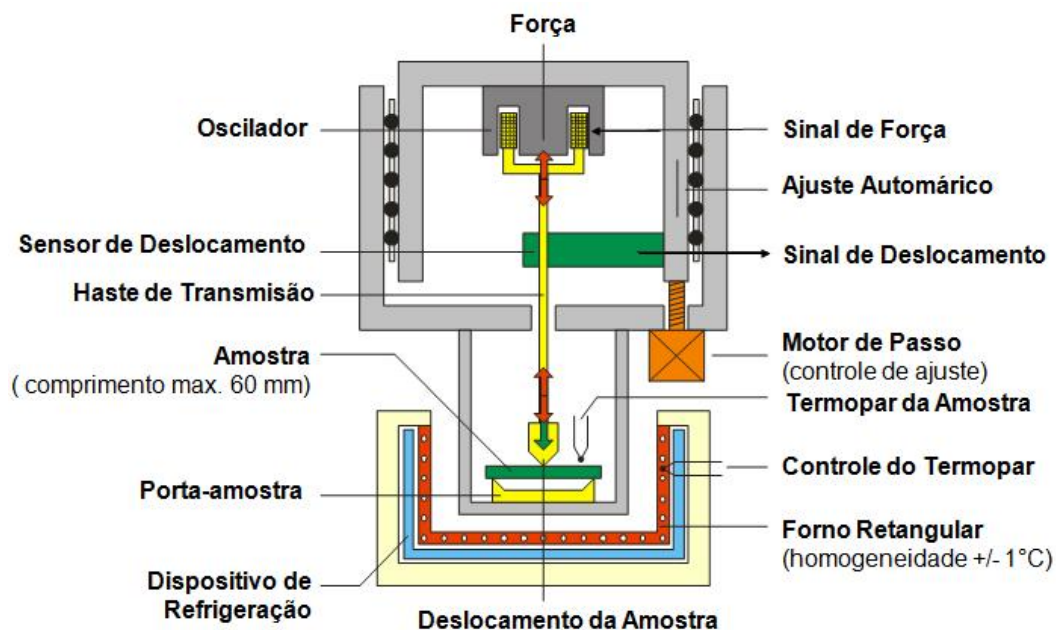


Figura 13 – Componentes do analisador do equipamento Netzsch DMA 242C
(fonte: Netzsch, 1994)

4.2 MATERIAL

O material utilizado foi um material viscoelástico típico, conhecido comercialmente como ISODAMP C-1002 e fabricado pela E-A-R Specialty Composites (Indianápolis, EUA). Esse material é um elastômero à base de cloreto de polivinila (DANDEKAR et al, 1991; SZABO e KEOUGH, 2002) e já foi utilizado em outros estudos sobre materiais viscoelásticos típicos (JONES, 1992; LOPES, 1998).

Seu nomograma de frequência reduzida, fornecido pelo fabricante, é apresentado na figura 14. Não se sabe, com certeza, a data de fabricação do material.

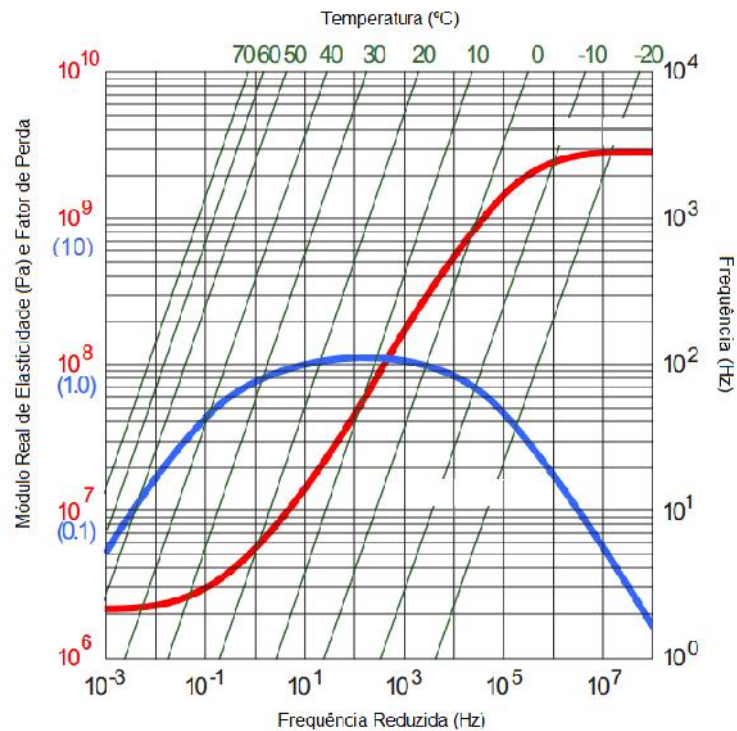


Figura 14 – Nomograma do material ISODAMP C-1002
(fonte: EAR, 1996)

4.3 EXPERIMENTOS

Foram testadas 25 unidades amostrais do E-A-R ISODAMP C-1002. Esse tamanho de amostra foi determinado com base no exposto na seção 3.3, a partir de um nível de confiança de 90% e, portanto, escore de distribuição normal igual a 1,65. Dessa forma,

$$n = \left(\frac{1,65 \cdot S}{S/3} \right)^2 \Rightarrow n = (1,65 \cdot 3)^2 \approx 25 \quad (4.2)$$

As dimensões de cada unidade amostral foram: 10 mm de comprimento, 4 mm de largura e 1,37 mm de espessura. O valor da força estática aplicada foi de 1 N, enquanto a amplitude da força dinâmica foi de 0,8 N.

A seleção das frequências se deu a partir da faixa disponível no equipamento NETZSCH DMA 242C, que vai de 0,1 a 100 Hz, e de experiências prévias na

caracterização dinâmica de materiais viscoelásticos típicos (JONES, 1992; LOPES, 1998; ESPÍNDOLA et al, 2005).

Foram, então, selecionadas 10 frequências, a saber: 0,1 Hz, 0,2 Hz, 0,5 Hz, 1 Hz, 2 Hz, 5 Hz, 10 Hz, 20 Hz, 50 Hz e 100 Hz.

As temperaturas também foram escolhidas com base em experiências prévias e ainda em três ensaios preliminares de caracterização dinâmica, realizados com o equipamento e o material empregados. Essas temperaturas, num total de 7, foram: -40°C, -20°C, -10°C, 0°C, 10°C, 20°C e 50°C. O menor intervalo, em torno de 0°C, se deve ao fato de ali se encontrar a região de transição do material.

Entendeu-se que, com as 10 frequências e as 7 temperaturas acima indicadas, seria possível caracterizar completamente o material para uso regular em projetos de controle passivo de vibrações em sistemas mecânicos em geral.

Na determinação das propriedades dinâmicas do material, cada unidade experimental foi ensaiada em todas as temperaturas e frequências pré-determinadas. Cada temperatura foi mantida constante em toda a faixa de frequências, sendo observado, antes de se coletar os dados, um tempo preliminar mínimo de 30 minutos na mesma temperatura, para obter informações com o material já estabilizado naquela temperatura.

Para alcançar resultados consistentes, com satisfatória garantia de manutenção das condições do experimento, determinou-se que cada unidade experimental deveria ser ensaiada ao longo de um dia sem interrupção. Caso ocorresse algum impedimento para começar e terminar as medições no mesmo dia, seria invalidado o ensaio e um outro realizado no dia seguinte.

Informa-se que, para as características do programa de controle do DMA 242C, as alterações de temperatura não eram automáticas, mas sim efetuadas pela reinicialização do procedimento de ensaio.

Para aplicação do teste de Friedman com comparações múltiplas, foi utilizado o software R. O R é um programa livre de manipulação de dados, cálculos e confecção de gráficos. O R pode ser considerado como uma aplicação da linguagem S e foi desenvolvido pelo laboratório Bell por Rick Becker, John Chambers e Allan Wilks. Ele também forma a base do sistema S-Plus. O programa é atualizado, com todas as informações necessárias, pode ser obtido a partir do site <http://www.r-project.org/>.

5 APRESENTAÇÃO DOS RESULTADOS E DISCUSSÃO

Neste capítulo, são apresentados e discutidos os resultados obtidos nos experimentos realizados, conforme descrito anteriormente.

5.1 VERIFICAÇÕES PRELIMINARES

As figuras 15 a 27 apresentam os gráficos *Wicket*, descritos na seção 2.4, sendo o último deles relativo às médias amostrais. Recorda-se que os pontos devem descrever uma curva em forma de U invertido, sendo que os pontos que se distanciarem significativamente desta curva podem indicar algum problema na realização do experimento (JONES, 1992; JONES, 2001).

Para cada ensaio, foi confeccionado um gráfico. Em geral, observa-se que, em alguns casos, principalmente nas temperaturas extremas de -40°C e 50°C , alguns pontos se distanciaram da curva em U. Porém, eles não foram retirados da análise, em virtude do fato de que não foram observados problemas com os ensaios, considerados satisfatórios.

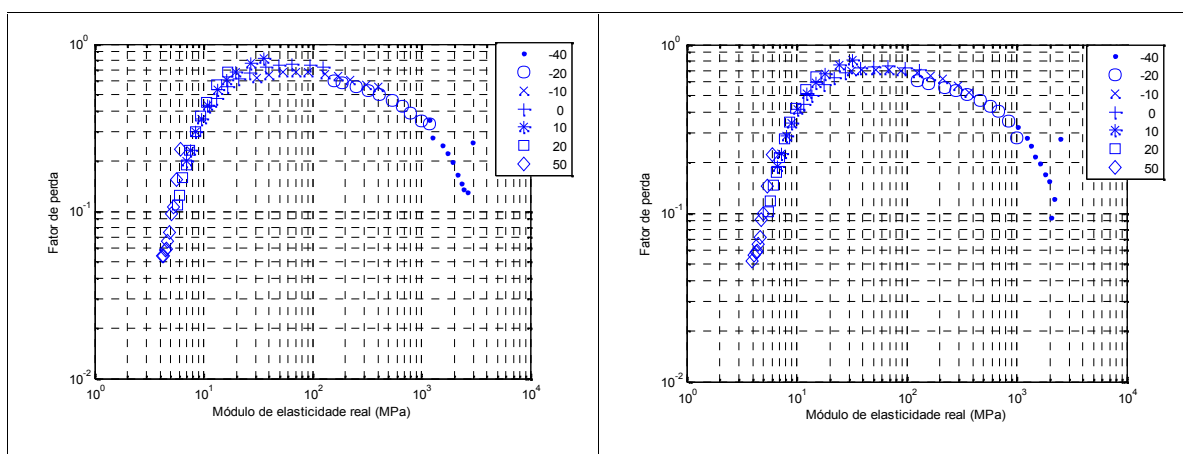


Figura 15 – Wicket Plot (a) ensaio de número 1 (b) ensaio de número 2

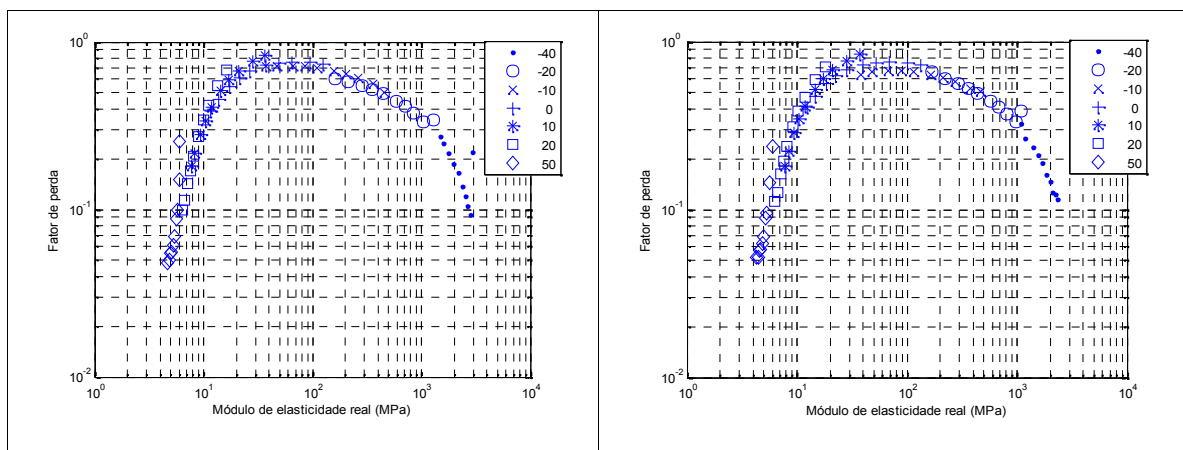


Figura 16 – Wicket Plot (a) ensaio de número 3 (b) ensaio de número 4

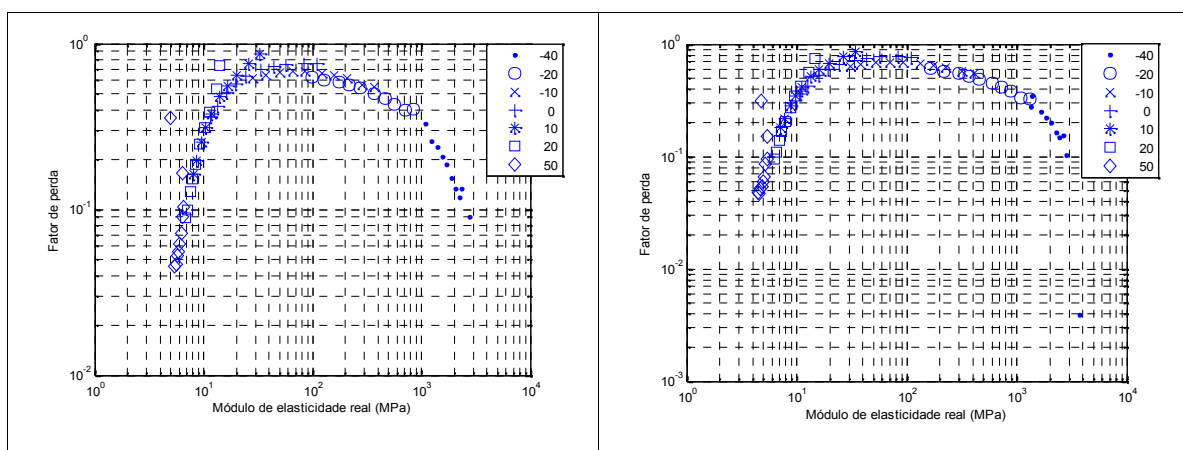


Figura 17 – Wicket Plot (a) ensaio de número 5 (b) ensaio de número 6

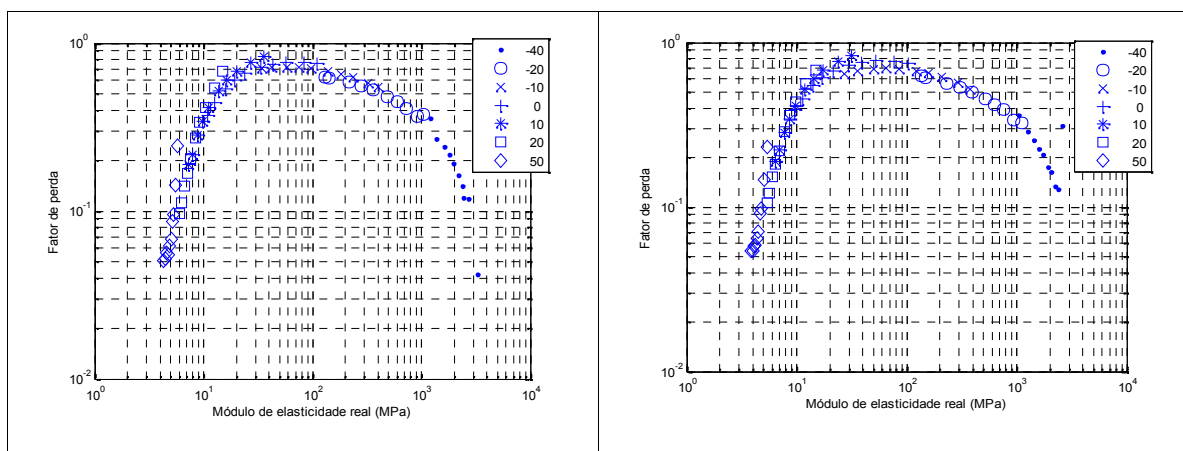


Figura 18 – Wicket Plot (a) ensaio de número 7 (b) ensaio de número 8

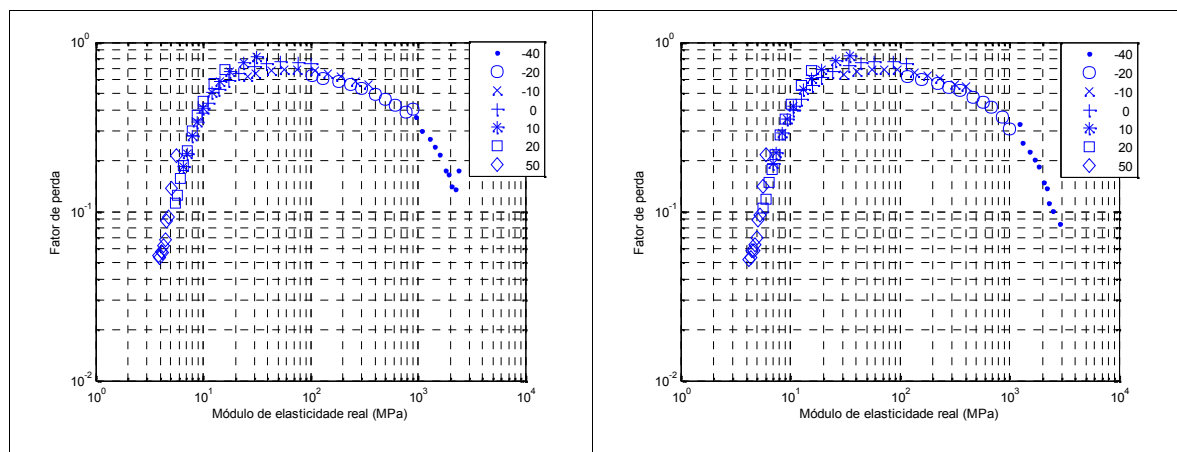


Figura 19 – Wicket Plot (a) ensaio de número 9 (b) ensaio de número 10

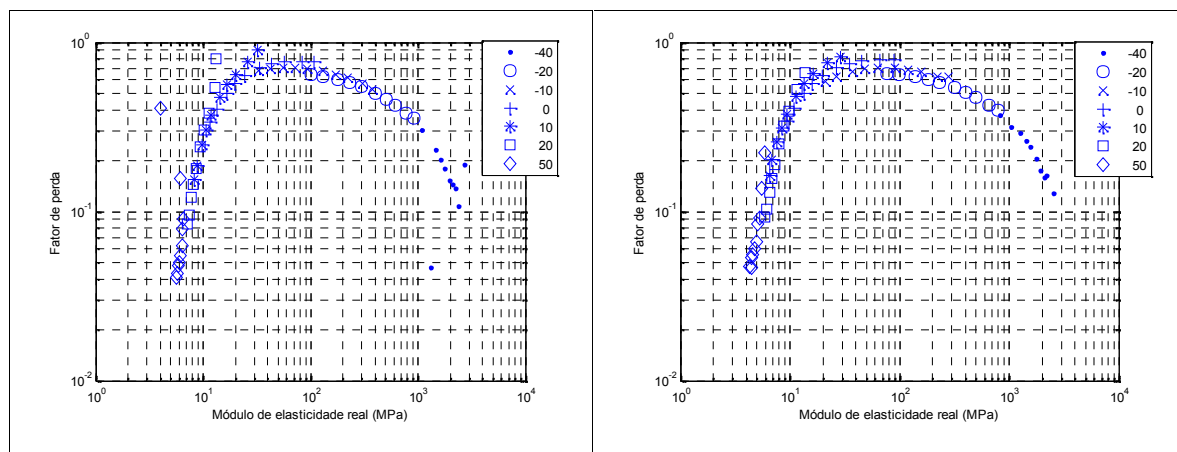


Figura 20 – Wicket Plot (a) ensaio de número 11 (b) ensaio de número 12

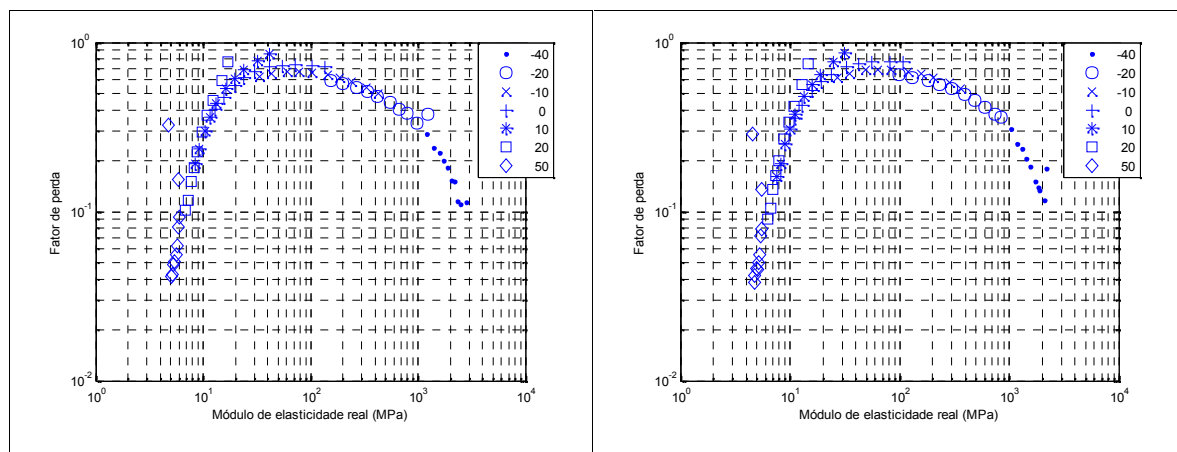


Figura 21 – Wicket Plot (a) ensaio de número 13 (b) ensaio de número 14

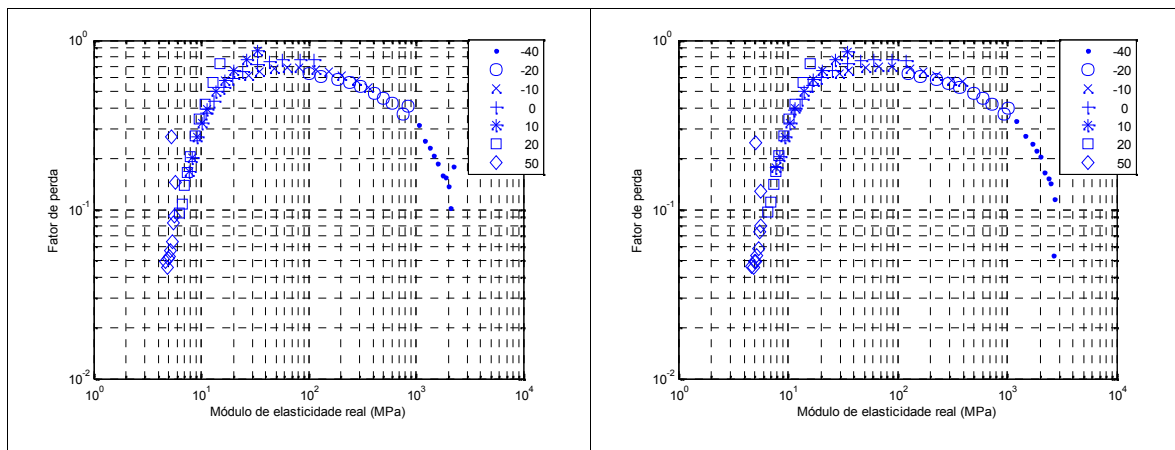


Figura 22 – Wicket Plot (a) ensaio de número 15 (b) ensaio de número 16

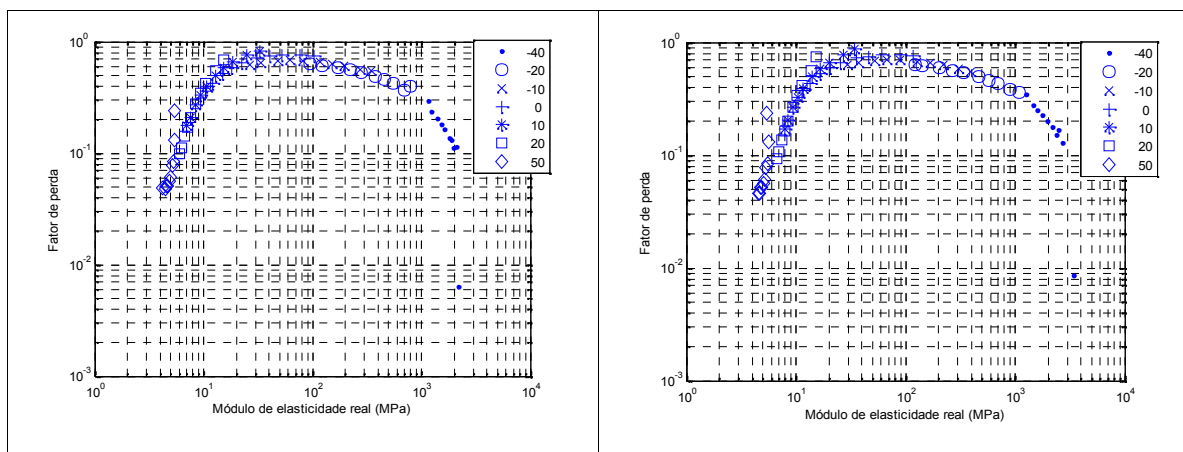


Figura 23 – Wicket Plot (a) ensaio de número 17 (b) ensaio de número 18

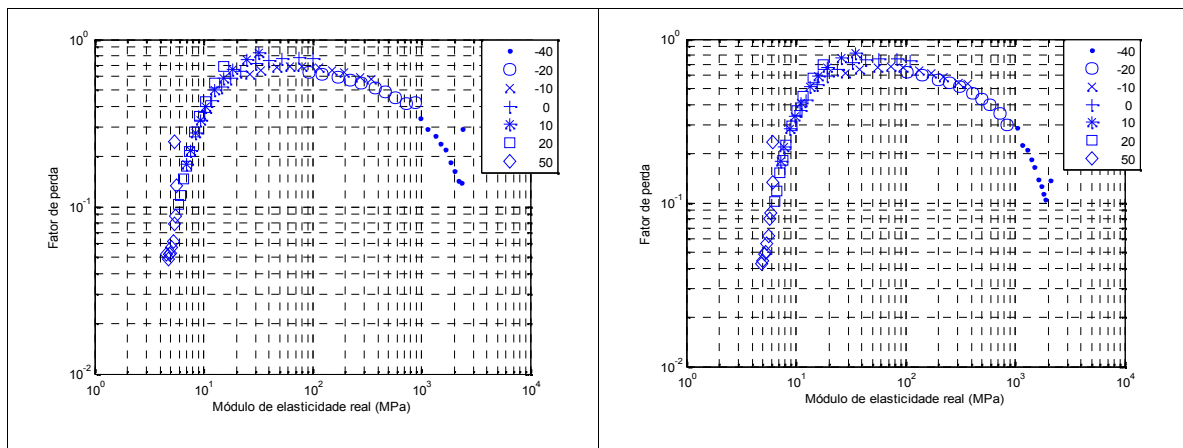


Figura 24 – Wicket Plot (a) ensaio de número 19 (b) ensaio de número 20

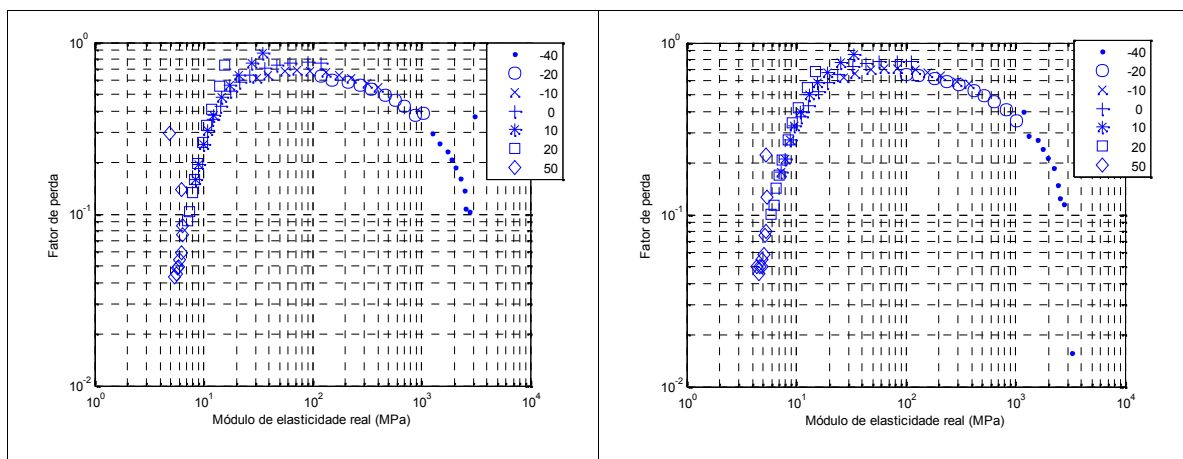


Figura 25 – Wicket Plot (a) ensaio de número 21 (b) ensaio de número 22

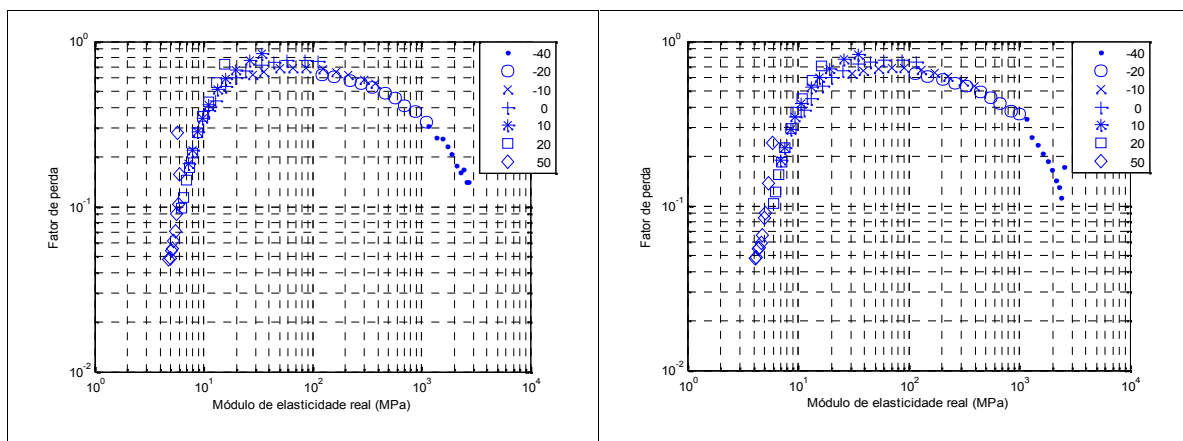


Figura 26 – Wicket Plot (a) ensaio de número 23 (b) ensaio de número 24

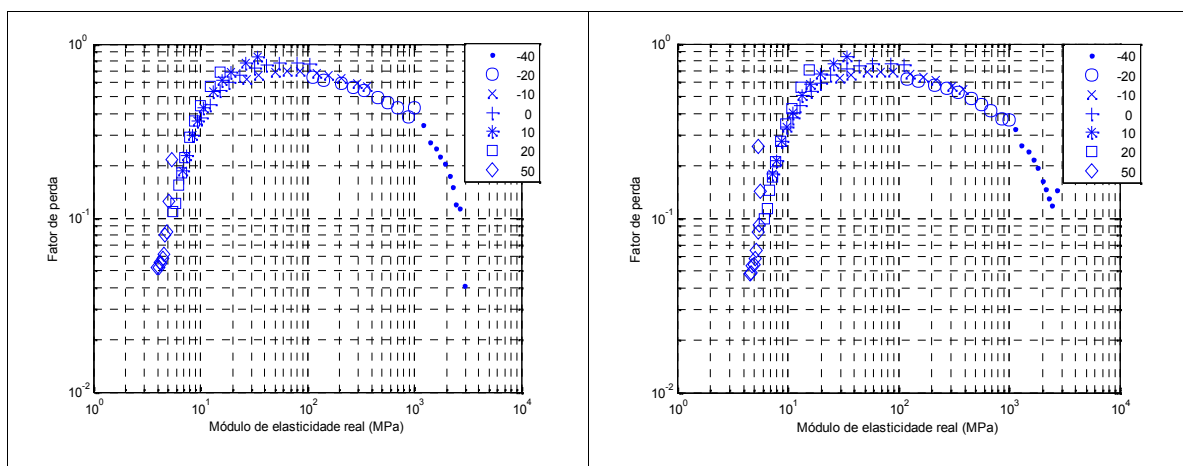


Figura 27 – Wicket Plot (a) ensaio de número 25 (b) médias amostrais

5.2 MÉDIAS AMOSTRAIS E INTERVALOS DE CONFIANÇA

Encontram-se, nas tabelas 4 a 24, os resultados relativos aos módulos reais de elasticidade, módulos imaginários de elasticidade e os correspondentes fatores de perda, em todas as temperaturas e frequências ensaiadas.

Nas tabelas 4 a 10 estão os resultados associados ao módulo real, de 11 a 17, os do módulo imaginário e de 18 a 24, os do fator de perda. Essas tabelas foram montadas com o uso do programa R, programa livre e desenvolvido especificamente para atender as necessidades das análises estatísticas.

São apresentados os valores de média, desvio padrão e coeficiente de variação (que é adimensional). Esses dois últimos são empregados para verificar a dispersão dos dados em torno das médias. As tabelas também trazem os resultados dos intervalos de confiança, confeccionados com 90% de confiabilidade. São apresentados os limites inferior e superior, bem como os valores da estatística utilizada para cálculo dos intervalos, qual seja, $t_{/2,n-1} \cdot S/\sqrt{n}$ (que tem a mesma unidade de medida da variável). Ainda é apresentado o número de elementos das amostras ensaiadas que está contido nos intervalos de confiança calculados.

Tabela 4 - Módulo real de elasticidade a -40°C – Medidas de dispersão e intervalos de confiança.
Número de elementos dentro do intervalo de confiança.

T (°C)	f(Hz)	Média (MPa)	Desvio Padrão (MPa)	Coeficiente de Variação	LI (MPa)	LS (MPa)	$t_{/2,n-1} \cdot \frac{S}{\sqrt{n}}$	n
-40	0,1	1.147	140,5	12,25%	1.099	1.195	48,06	4
	0,2	1.292	132,9	10,29%	1.246	1.337	45,47	5
	0,5	1.492	151,6	10,16%	1.440	1.543	51,87	3
	1	1.653	169,4	10,25%	1.595	1.711	57,97	3
	2	1.808	186,2	10,30%	1.745	1.872	63,71	3
	5	2.005	207,0	10,32%	1.934	2.076	70,83	4
	10	2.156	228,3	10,59%	2.078	2.234	78,11	4
	20	2.281	233,3	10,22%	2.201	2.361	79,82	6
	50	2.444	269,4	11,02%	2.352	2.536	92,18	6
	100	2.728	418,6	15,34%	2.585	2.872	143,25	5

Fonte: O autor.

Tabela 5- Módulo real de elasticidade a -20°C – Medidas de dispersão e intervalos de confiança.
Número de elementos dentro do intervalo de confiança.

T (°C)	f(Hz)	Média (MPa)	Desvio Padrão (MPa)	Coeficiente de Variação	LI (MPa)	LS (MPa)	$t_{/2,n-1} \cdot \frac{S}{\sqrt{n}}$	n
-20	0,1	120,3	25,05	20,82%	111,7	128,8	8,570	8
	0,2	152,0	31,35	20,62%	141,3	162,8	10,73	10
	0,5	213,3	39,88	18,69%	199,7	227,0	13,64	8
	1	272,4	48,14	17,67%	255,9	288,9	16,47	8
	2	343,3	58,06	16,91%	323,5	363,2	19,87	8
	5	458,9	73,15	15,94%	433,9	483,9	25,03	7
	10	563,7	85,29	15,13%	534,5	592,9	29,18	7
	20	680,4	96,77	14,22%	647,2	713,5	33,11	7
	50	855,4	113,9	13,31%	816,4	894,3	38,96	7
	100	1.007	146,6	14,55%	957,1	1.057	50,15	8

Fonte: O autor.

Tabela 6 - Módulo real de elasticidade a -10°C – Medidas de dispersão e intervalos de confiança.
Número de elementos dentro do intervalo de confiança.

T (°C)	f(Hz)	Média (MPa)	Desvio Padrão (MPa)	Coeficiente de Variação	LI (MPa)	LS (MPa)	$t_{/2,n-1} \cdot \frac{S}{\sqrt{n}}$	n
-10	0,1	29,64	3,680	12,41%	28,39	30,90	1,259	8
	0,2	37,61	4,762	12,66%	35,98	39,24	1,629	7
	0,5	52,53	6,503	12,38%	50,30	54,75	2,225	8
	1	68,53	8,301	12,11%	65,69	71,37	2,840	8
	2	89,56	10,59	11,83%	85,93	93,18	3,625	8
	5	128,0	14,82	11,58%	122,9	133,1	5,071	8
	10	167,3	18,76	11,21%	160,9	173,7	6,419	8
	20	217,3	23,33	10,73%	209,3	225,3	7,983	8
	50	302,2	30,56	10,11%	291,7	312,7	10,46	6
	100	382,7	36,80	9,62%	370,1	395,3	12,59	7

Fonte: O autor.

Tabela 7 - Módulo real de elasticidade a 0°C – Medidas de dispersão e intervalos de confiança.
Número de elementos dentro do intervalo de confiança.

T (°C)	f(Hz)	Média (MPa)	Desvio Padrão (MPa)	Coeficiente de Variação	LI (MPa)	LS (MPa)	$t_{/2,n-1} \cdot \frac{S}{\sqrt{n}}$	n
0	0,1	11,07	0,83	7,48%	10,79	11,36	0,283	8
	0,2	12,95	1,03	7,95%	12,60	13,31	0,353	9
	0,5	16,18	1,37	8,47%	15,71	16,65	0,469	10
	1	19,68	1,75	8,89%	19,08	20,28	0,598	12
	2	24,54	2,29	9,32%	23,76	25,33	0,783	11
	5	33,96	3,30	9,73%	32,83	35,09	1,13	11
	10	44,36	4,43	9,99%	42,84	45,87	1,52	11
	20	58,56	5,90	10,08%	56,54	60,58	2,02	10
	50	85,36	8,53	10,00%	82,44	88,28	2,92	10
	100	113,52	11,01	9,70%	109,8	117,3	3,77	8

Fonte: O autor.

Tabela 8 - Módulo real de elasticidade a 10°C – Medidas de dispersão e intervalos de confiança.
Número de elementos dentro do intervalo de confiança.

T (°C)	f(Hz)	Média (MPa)	Desvio Padrão (MPa)	Coeficiente de Variação	LI (MPa)	LS (MPa)	$t_{/2,n-1} \cdot \frac{S}{\sqrt{n}}$	n
10	0,1	7,341	0,591	8,06%	7,139	7,544	0,202	5
	0,2	7,941	0,633	7,98%	7,725	8,158	0,217	5
	0,5	8,876	0,686	7,73%	8,642	9,111	0,235	6
	1	9,839	0,743	7,55%	9,585	10,09	0,254	6
	2	11,10	0,828	7,46%	10,81	11,38	0,283	7
	5	13,49	1,01	7,47%	13,15	13,83	0,345	8
	10	16,06	1,21	7,56%	15,64	16,47	0,416	11
	20	19,55	1,49	7,64%	19,04	20,06	0,511	10
	50	26,22	1,97	7,52%	25,55	26,90	0,675	10
	100	34,05	2,44	7,16%	33,22	34,89	0,835	7

Fonte: O autor.

Tabela 9 - Módulo real de elasticidade a 20°C – Medidas de dispersão e intervalos de confiança.
Número de elementos dentro do intervalo de confiança.

T (°C)	f(Hz)	Média (MPa)	Desvio Padrão (MPa)	Coeficiente de Variação	LI (MPa)	LS (MPa)	$t_{/2,n-1} \cdot \frac{S}{\sqrt{n}}$	n
20	0,1	6,160	0,497	8,06%	5,990	6,330	0,170	6
	0,2	6,479	0,513	7,92%	6,303	6,654	0,176	6
	0,5	6,890	0,528	7,66%	6,710	7,071	0,181	5
	1	7,298	0,541	7,41%	7,113	7,483	0,185	5
	2	7,800	0,561	7,19%	7,608	7,992	0,192	5
	5	8,701	0,602	6,92%	8,495	8,907	0,206	5
	10	9,616	0,651	6,77%	9,393	9,839	0,223	5
	20	10,83	0,715	6,60%	10,59	11,08	0,245	6
	50	13,13	0,790	6,02%	12,86	13,40	0,270	8
	100	15,46	1,12	7,23%	15,08	15,84	0,382	9

Fonte: O autor.

Tabela 10 - Módulo real de elasticidade a 50°C – Medidas de dispersão e intervalos de confiança.
Número de elementos dentro do intervalo de confiança.

T (°C)	f(Hz)	Média (MPa)	Desvio Padrão (MPa)	Coeficiente de Variação	LI (MPa)	LS (MPa)	$t_{/2,n-1} \cdot \frac{S}{\sqrt{n}}$	n
50	0,1	4,52	0,49	10,86%	4,36	4,69	0,168	4
	0,2	4,67	0,49	10,56%	4,50	4,84	0,169	6
	0,5	4,80	0,50	10,38%	4,63	4,98	0,171	6
	1	4,92	0,50	10,23%	4,75	5,10	0,172	6
	2	5,04	0,51	10,10%	4,87	5,22	0,174	5
	5	5,23	0,52	9,88%	5,05	5,40	0,177	6
	10	5,36	0,52	9,67%	5,19	5,54	0,178	6
	20	5,51	0,50	9,11%	5,34	5,68	0,172	7
	50	5,65	0,36	6,39%	5,53	5,78	0,124	9
	100	5,43	0,56	10,34%	5,24	5,62	0,192	7

Fonte: O autor.

Para os módulos reais de elasticidade, observa-se que a dispersão em relação à média, dada pelo coeficiente de variação, pode alcançar até 20,82%, valor encontrado na temperatura de -20°C e frequência de 0,1 Hz. Ainda que, em geral, não se possa dizer que os coeficientes de variação para os módulos reais de elasticidade sejam elevados, também não se pode dizer que eles são desprezáveis, se encontrando claramente acima do verificado em materiais metálicos de uso corrente em Engenharia, que é da ordem de 3%. Quanto aos intervalos de confiança, o intervalo que contém o maior número de elementos amostrais (ou seja,

que possui o maior número de elementos concentrados em torno da média amostral) é o correspondente a 0°C e 1 Hz, com 12 elementos.

Tabela 11 - Módulo imaginário de elasticidade a -40°C – Medidas de dispersão e intervalos de confiança. Número de elementos dentro do intervalo de confiança.

T (°C)	f(Hz)	Média (MPa)	Desvio Padrão (MPa)	Coeficiente de Variação	LI (MPa)	LS (MPa)	$t_{/2,n-1} \cdot \frac{S}{\sqrt{n}}$	n
-40	0,1	372,3	47,59	12,78%	356,1	388,6	16,28	3
	0,2	335,6	72,39	21,57%	310,8	360,4	24,77	11
	0,5	362,1	42,80	11,82%	347,5	376,8	14,65	6
	1	356,7	44,78	12,56%	341,3	372,0	15,32	8
	2	352,0	45,30	12,87%	336,5	367,5	15,50	7
	5	329,6	46,78	14,19%	313,6	345,6	16,01	6
	10	318,0	39,20	12,33%	304,6	331,5	13,41	5
	20	297,4	56,83	19,11%	277,9	316,8	19,45	8
	50	290,1	43,74	15,08%	275,2	305,1	14,97	5
	100	380,4	283,2	74,45%	283,5	477,3	96,91	8

Fonte: O autor.

Tabela 12 - Módulo imaginário de elasticidade a -20°C – Medidas de dispersão e intervalos de confiança. Número de elementos dentro do intervalo de confiança.

T (°C)	f(Hz)	Média (MPa)	Desvio Padrão (MPa)	Coeficiente de Variação	LI (MPa)	LS (MPa)	$t_{/2,n-1} \cdot \frac{S}{\sqrt{n}}$	n
-20	0,1	75,37	13,98	18,55%	70,59	80,16	4,78	8
	0,2	91,81	16,03	17,46%	86,32	97,29	5,49	9
	0,5	122,8	18,62	15,16%	116,5	129,2	6,37	8
	1	149,8	20,78	13,87%	142,7	156,9	7,11	8
	2	179,2	23,05	12,86%	171,3	187,1	7,89	8
	5	220,1	25,60	11,63%	211,3	228,9	8,76	6
	10	251,3	27,16	10,81%	242,0	260,6	9,29	4
	20	280,2	28,06	10,02%	270,6	289,8	9,60	5
	50	314,0	28,82	9,18%	304,1	323,9	9,86	4
	100	365,6	53,13	14,53%	347,4	383,7	18,2	6

Fonte: O autor.

Tabela 13 - Módulo imaginário de elasticidade a -10°C – Medidas de dispersão e intervalos de confiança. Número de elementos dentro do intervalo de confiança.

T (°C)	f(Hz)	Média (MPa)	Desvio Padrão (MPa)	Coeficiente de Variação	LI (MPa)	LS (MPa)	$t_{/2,n-1} \cdot \frac{S}{\sqrt{n}}$	n
-10	0,1	18,69	2,575	13,77%	17,81	19,57	0,881	7
	0,2	24,73	3,314	13,40%	23,60	25,87	1,13	10
	0,5	35,90	4,398	12,25%	34,39	37,40	1,51	9
	1	47,28	5,422	11,47%	45,43	49,14	1,86	8
	2	61,52	6,593	10,72%	59,26	63,77	2,26	10
	5	85,62	8,511	9,94%	82,71	88,53	2,91	10
	10	108,1	10,04	9,29%	104,7	111,5	3,44	8
	20	134,3	11,64	8,67%	130,3	138,3	3,98	7
	50	173,2	13,53	7,81%	168,6	177,8	4,63	5
	100	208,6	14,86	7,12%	203,5	213,7	5,08	4

Fonte: O autor.

Tabela 14 - Módulo imaginário de elasticidade a 0°C – Medidas de dispersão e intervalos de confiança. Número de elementos dentro do intervalo de confiança.

T (°C)	f(Hz)	Média (MPa)	Desvio Padrão (MPa)	Coeficiente de Variação	LI (MPa)	LS (MPa)	$t_{/2,n-1} \cdot \frac{S}{\sqrt{n}}$	n
0	0,1	4,195	0,467	11,14%	4,035	4,355	0,160	9
	0,2	5,738	0,648	11,30%	5,516	5,959	0,222	8
	0,5	8,641	0,955	11,06%	8,314	8,968	0,327	8
	1	11,80	1,28	10,81%	11,37	12,24	0,437	8
	2	16,20	1,70	10,51%	15,61	16,78	0,582	9
	5	24,49	2,45	10,00%	23,66	25,33	0,838	8
	10	33,21	3,19	9,62%	32,11	34,30	1,09	8
	20	44,74	4,10	9,16%	43,34	46,14	1,40	8
	50	65,11	5,54	8,51%	63,21	67,01	1,90	8
	100	85,48	6,76	7,91%	83,16	87,79	2,31	8

Fonte: O autor.

Tabela 15 - Módulo imaginário de elasticidade a 10°C – Medidas de dispersão e intervalos de confiança. Número de elementos dentro do intervalo de confiança.

T (°C)	f(Hz)	Média (MPa)	Desvio Padrão (MPa)	Coeficiente de Variação	LI (MPa)	LS (MPa)	$t_{/2,n-1} \cdot \frac{S}{\sqrt{n}}$	n
10	0,1	1,312	0,097	7,43%	1,279	1,345	0,033	8
	0,2	1,695	0,135	7,97%	1,649	1,741	0,046	11
	0,5	2,461	0,204	8,27%	2,391	2,5305	0,070	11
	1	3,293	0,282	8,55%	3,197	3,389	0,096	10
	2	4,484	0,386	8,62%	4,352	4,616	0,132	10
	5	6,849	0,592	8,64%	6,646	7,051	0,202	9
	10	9,494	0,808	8,51%	9,217	9,770	0,276	9
	20	13,10	1,10	8,41%	12,72	13,48	0,377	9
	50	20,18	1,63	8,07%	19,62	20,73	0,557	10
	100	28,75	2,24	7,79%	27,99	29,52	0,766	11

Fonte: O autor.

Tabela 16 - Módulo imaginário de elasticidade a 20°C – Medidas de dispersão e intervalos de confiança. Número de elementos dentro do intervalo de confiança.

T (°C)	f(Hz)	Média (MPa)	Desvio Padrão (MPa)	Coeficiente de Variação	LI (MPa)	LS (MPa)	$t_{/2,n-1} \cdot \frac{S}{\sqrt{n}}$	n
20	0,1	0,611	0,0376	6,16%	0,598	0,624	0,0129	7
	0,2	0,734	0,0478	6,52%	0,717	0,750	0,0164	2
	0,5	0,990	0,0725	7,32%	0,965	1,01	0,0248	5
	1	1,25	0,0962	7,67%	1,22	1,29	0,0329	5
	2	1,65	0,1332	8,10%	1,60	1,69	0,0456	5
	5	2,42	0,2040	8,43%	2,35	2,49	0,0698	6
	10	3,35	0,2846	8,49%	3,25	3,45	0,097	6
	20	4,62	0,4003	8,67%	4,48	4,75	0,137	6
	50	7,37	0,6218	8,44%	7,16	7,58	0,213	6
	100	11,0	0,8980	8,18%	10,7	11,3	0,307	6

Fonte: O autor.

Tabela 17 - Módulo imaginário de elasticidade a 50°C – Medidas de dispersão e intervalos de confiança. Número de elementos dentro do intervalo de confiança.

T (°C)	f(Hz)	Média (MPa)	Desvio Padrão (MPa)	Coefficiente de Variação	LI (MPa)	LS (MPa)	$t_{/2,n-1} \cdot \frac{S}{\sqrt{n}}$	n
50	0,1	0,216	0,0147	6,81%	0,211	0,221	0,0050	4
	0,2	0,225	0,0162	7,19%	0,220	0,231	0,0055	5
	0,5	0,254	0,0185	7,27%	0,248	0,261	0,0063	6
	1	0,265	0,0221	8,36%	0,257	0,272	0,0076	8
	2	0,297	0,0270	9,10%	0,288	0,306	0,0092	8
	5	0,341	0,0375	10,97%	0,329	0,354	0,0128	8
	10	0,448	0,0468	10,44%	0,432	0,464	0,0160	7
	20	0,506	0,0641	12,68%	0,484	0,528	0,0219	8
	50	0,806	0,099	12,35%	0,772	0,840	0,0340	7
	100	1,39	0,145	10,43%	1,34	1,44	0,0497	6

Fonte: O autor.

Para os módulos imaginários de elasticidade, observa-se que, em -40°C e 100Hz, existe uma elevada variabilidade dos dados em relação a média, indicada pela dispersão de 74,45%. Esses dados pertencem a uma das regiões de maior discrepância, apontadas pelos gráficos Wicket. Quanto aos intervalos de confiança, aqueles que contêm o maior número de elementos amostrais são os correspondentes a -40°C e 2 Hz, 10°C e 0,2 Hz, 10° e 0,5 Hz e 10° e 100 Hz, com 11 elementos. Esse valor não difere muito do valor encontrado para o módulo real de elasticidade.

Tabela 18 - Fator de perda a -40°C – Medidas de dispersão e intervalos de confiança. Número de elementos dentro do intervalo de confiança.

T (°C)	f(Hz)	Média (MPa)	Desvio Padrão (MPa)	Coeficiente de Variação	LI (MPa)	LS (MPa)	$t_{/2,n-1} \cdot \frac{S}{\sqrt{n}}$	n
-40	0,1	0,326	0,0312	9,57%	0,315	0,337	0,0107	5
	0,2	0,262	0,0524	20,02%	0,244	0,280	0,0179	14
	0,5	0,243	0,0199	8,19%	0,236	0,250	0,00681	4
	1	0,216	0,0189	8,73%	0,210	0,222	0,00645	5
	2	0,195	0,0178	9,16%	0,189	0,201	0,00611	6
	5	0,164	0,0163	9,92%	0,159	0,170	0,00558	7
	10	0,148	0,0130	8,79%	0,143	0,152	0,00444	7
	20	0,130	0,0191	14,72%	0,124	0,137	0,00655	6
	50	0,119	0,0157	13,17%	0,114	0,124	0,00536	7
	100	0,144	0,103	71,53%	0,109	0,180	0,0353	7

Fonte: O autor.

Tabela 19 - Fator de perda a -20°C – Medidas de dispersão e intervalos de confiança. Número de elementos dentro do intervalo de confiança.

T (°C)	f(Hz)	Média (MPa)	Desvio Padrão (MPa)	Coeficiente de Variação	LI (MPa)	LS (MPa)	$t_{/2,n-1} \cdot \frac{S}{\sqrt{n}}$	n
-20	0,1	0,632	0,0165	2,61%	0,626	0,637	0,00564	13
	0,2	0,609	0,0185	3,04%	0,603	0,615	0,00633	8
	0,5	0,581	0,0214	3,68%	0,573	0,588	0,00731	7
	1	0,554	0,0231	4,16%	0,546	0,562	0,00789	7
	2	0,526	0,0244	4,63%	0,518	0,534	0,00833	8
	5	0,483	0,0254	5,26%	0,475	0,492	0,00870	7
	10	0,449	0,0259	5,77%	0,440	0,458	0,00887	9
	20	0,415	0,0252	6,08%	0,406	0,423	0,00864	10
	50	0,370	0,0254	6,87%	0,361	0,379	0,00870	8
	100	0,365	0,0397	10,89%	0,351	0,378	0,0136	7

Fonte: O autor.

Tabela 20 - Fator de perda a -10°C – Medidas de dispersão e intervalos de confiança. Número de elementos dentro do intervalo de confiança.

T (°C)	f(Hz)	Média (MPa)	Desvio Padrão (MPa)	Coeficiente de Variação	LI (MPa)	LS (MPa)	$t_{/2,n-1} \cdot \frac{S}{\sqrt{n}}$	n
-10	0,1	0,640	0,0302	4,71%	0,629	0,650	0,0103	12
	0,2	0,665	0,0224	3,37%	0,657	0,672	0,00766	10
	0,5	0,689	0,0141	2,05%	0,684	0,693	0,00484	9
	1	0,694	0,0118	1,69%	0,690	0,698	0,00402	8
	2	0,691	0,0124	1,80%	0,686	0,695	0,00426	8
	5	0,672	0,0149	2,21%	0,667	0,677	0,00509	8
	10	0,649	0,0167	2,56%	0,643	0,655	0,00570	9
	20	0,620	0,0179	2,88%	0,614	0,627	0,00612	14
	50	0,575	0,0202	3,51%	0,568	0,582	0,00690	11
	100	0,547	0,0289	5,29%	0,537	0,557	0,00989	8

Fonte: O autor.

Tabela 21 - Fator de perda a 0°C – Medidas de dispersão e intervalos de confiança. Número de elementos dentro do intervalo de confiança.

T (°C)	f(Hz)	Média (MPa)	Desvio Padrão (MPa)	Coeficiente de Variação	LI (MPa)	LS (MPa)	$t_{/2,n-1} \cdot \frac{S}{\sqrt{n}}$	n
0	0,1	0,378	0,0236	6,22%	0,370	0,386	0,00806	8
	0,2	0,442	0,0225	5,09%	0,434	0,450	0,00770	6
	0,5	0,533	0,0200	3,76%	0,526	0,540	0,00685	5
	1	0,599	0,0168	2,80%	0,593	0,605	0,00574	7
	2	0,659	0,0126	1,91%	0,655	0,663	0,00431	8
	5	0,721	0,00774	1,07%	0,718	0,724	0,00265	5
	10	0,749	0,00727	0,97%	0,746	0,751	0,00249	7
	20	0,765	0,00981	1,28%	0,761	0,768	0,00336	8
	50	0,764	0,0144	1,88%	0,759	0,769	0,00492	8
	100	0,754	0,0188	2,49%	0,748	0,761	0,00642	8

Fonte: O autor.

Tabela 22 - Fator de perda a 10°C – Medidas de dispersão e intervalos de confiança. Número de elementos dentro do intervalo de confiança.

T (°C)	f(Hz)	Média (MPa)	Desvio Padrão (MPa)	Coeficiente de Variação	LI (MPa)	LS (MPa)	$t_{/2,n-1} \cdot \frac{S}{\sqrt{n}}$	n
10	0,1	0,179	0,0119	6,62%	0,175	0,183	0,00406	9
	0,2	0,214	0,0127	5,95%	0,209	0,218	0,00435	6
	0,5	0,278	0,0152	5,47%	0,272	0,283	0,00520	6
	1	0,335	0,0172	5,13%	0,329	0,341	0,00587	6
	2	0,404	0,0185	4,57%	0,398	0,410	0,00632	6
	5	0,508	0,0186	3,67%	0,501	0,514	0,00637	5
	10	0,591	0,0172	2,91%	0,585	0,597	0,00588	7
	20	0,670	0,0143	2,13%	0,665	0,675	0,00489	7
	50	0,769	0,00805	1,05%	0,766	0,772	0,00275	5
	100	0,844	0,0225	2,67%	0,836	0,852	0,00771	4

Fonte: O autor.

Tabela 23 - Fator de perda a 20°C – Medidas de dispersão e intervalos de confiança. Número de elementos dentro do intervalo de confiança.

T (°C)	f(Hz)	Média (MPa)	Desvio Padrão (MPa)	Coeficiente de Variação	LI (MPa)	LS (MPa)	$t_{/2,n-1} \cdot \frac{S}{\sqrt{n}}$	n
20	0,1	0,0995	0,00731	7,34%	0,0970	0,102	0,00250	6
	0,2	0,114	0,00840	7,39%	0,111	0,117	0,00287	6
	0,5	0,144	0,0103	7,13%	0,141	0,148	0,00351	8
	1	0,172	0,0119	6,89%	0,168	0,176	0,00406	8
	2	0,211	0,0142	6,72%	0,206	0,216	0,00486	8
	5	0,278	0,0173	6,22%	0,272	0,284	0,00592	9
	10	0,349	0,0196	5,61%	0,342	0,355	0,00669	9
	20	0,426	0,0207	4,86%	0,419	0,433	0,00708	9
	50	0,561	0,0173	3,09%	0,555	0,567	0,00593	7
	100	0,710	0,0358	5,04%	0,698	0,723	0,0122	3

Fonte: O autor.

Tabela 24 - Fator de perda a 50°C – Medidas de dispersão e intervalos de confiança. Número de elementos dentro do intervalo de confiança.

T (°C)	f(Hz)	Média (MPa)	Desvio Padrão (MPa)	Coeficiente de Variação	LI (MPa)	LS (MPa)	$t_{/2,n-1} \cdot \frac{S}{\sqrt{n}}$	n
50	0,1	0,0482	0,00450	9,34%	0,0467	0,0497	0,00154	7
	0,2	0,0485	0,00399	8,24%	0,0471	0,0498	0,00137	4
	0,5	0,0532	0,00384	7,23%	0,0519	0,0545	0,00132	6
	1	0,0540	0,00376	6,98%	0,0527	0,0552	0,00129	3
	2	0,0591	0,00420	7,10%	0,0576	0,0605	0,00144	3
	5	0,0654	0,00502	7,67%	0,0637	0,0671	0,00172	4
	10	0,0837	0,00637	7,61%	0,0815	0,0859	0,00218	4
	20	0,0917	0,00760	8,29%	0,0891	0,0943	0,00260	6
	50	0,142	0,0107	7,51%	0,138	0,146	0,00366	6
	100	0,260	0,0476	18,32%	0,244	0,276	0,0163	5

Fonte: O autor.

Para os fatores de perda, também se observa uma dispersão elevada dos dados em -40°C e 100Hz, o que seria esperado, já que o fator de perda é a razão entre o módulo imaginário de elasticidade e o módulo real de elasticidade. Acerca dos intervalos de confiança, observa-se que há dois intervalos com 14 elementos amostrais, um em -40°C em 0,2 Hz e outro em -10°C e 20 Hz.

Em todas as tabelas anteriores, verifica-se que o número de elementos amostrais nos intervalos de confiança está relacionado com a dispersão. Via de regra, quanto menor a dispersão, maior o número de elementos nos intervalos e vice-versa, pois, nesse caso, os valores dos elementos amostrais se aproximam do valor da média amostral.

Porém, observam-se casos em que o coeficiente de variação é maior, se comparado a outros tratamentos, e ainda assim o intervalo de confiança contém um número maior de elementos, com mais elementos concentrados em torno da média, apesar de sua dispersão relativamente maior. Como exemplo, tome-se o fator de perda em -40°C e 0,2 Hz, que apresenta 20,02% de coeficiente de variação.

Isso ocorre pelo fato de que os intervalos de confiança são calculados com base no valor do desvio padrão, de modo que quanto maior o desvio padrão, maior será a amplitude do intervalo de confiança. Para o caso do intervalo de confiança exemplificado, se comparado com os demais tratamentos na mesma temperatura,

existe um maior número de elementos amostrais que se aproximam do valor da média, porém, com um valor de desvio padrão maior.

Estas observações mostram as diferenças existentes entre os tratamentos no que se refere à variabilidade dos dados em torno da média amostral.

5.3 PROPRIEDADES DINÂMICAS DE FONTES DISTINTAS

A partir das médias amostrais, foi construído o nomograma de frequência reduzida, apresentado na figura 28. Como exposto no Capítulo 2, esse nomograma sintetiza, de forma gráfica, o comportamento das propriedades dinâmicas do material em frequência e temperatura.

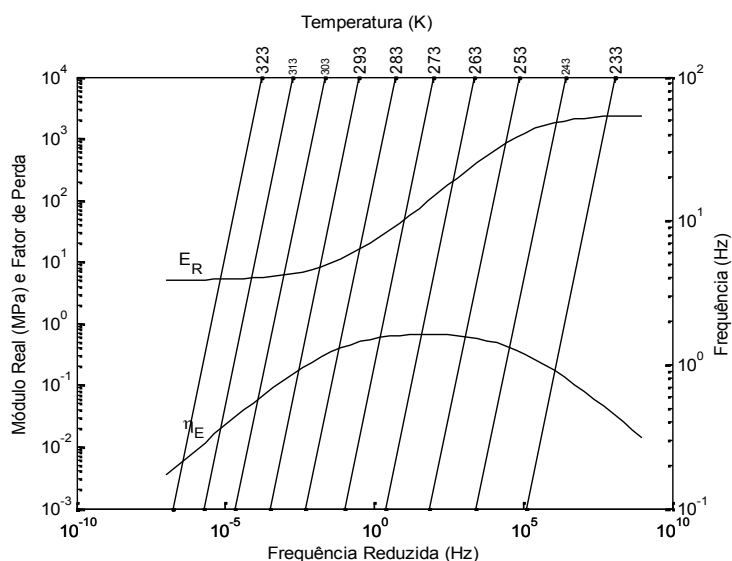


Figura 28 – Nomograma das médias amostrais.

Os resultados de caracterização dinâmica alcançados nesse trabalho foram comparados com os de duas outras fontes. Uma delas foi o próprio fabricante do material analisado, cujo nomograma foi apresentado no capítulo 4 (E-A-R, 1996). A outra foi um estudo multi-laboratórios, em que o mesmo material aqui investigado foi caracterizado por diferentes laboratórios, usando diferentes métodos (JONES, 1992). Os resultados consolidados desse estudo para o módulo real de elasticidade

e o fator de perda correspondente são mostrados na figura 29. Não se sabe se os resultados dessas fontes foram oriundos de um processo de consideração de médias, obtidas a partir de ensaios com várias amostras.

Face aos resultados disponíveis, foi realizada a comparação em seis temperaturas distintas, quais sejam, -20°C , -10°C , 10°C , 20°C e 40°C , na faixa de frequência de 1 Hz a 100 Hz. Foram geradas, em cada temperatura, cinco curvas: uma para as médias amostrais desse trabalho, outra relativa aos dados do fabricante, uma terceira para os dados de Jones (1992) e as duas últimas correspondendo aos limites superior / inferior construídos a partir dos valores de média amostral mais / menos três vezes os valores de desvio padrão (esse intervalo conteria, para tratamentos com distribuição normal, 99,73% dos dados). As figuras 30 a 35 apresentam a comparação realizada, para o módulo real de elasticidade, cujas curvas são representativas do que se constatou.

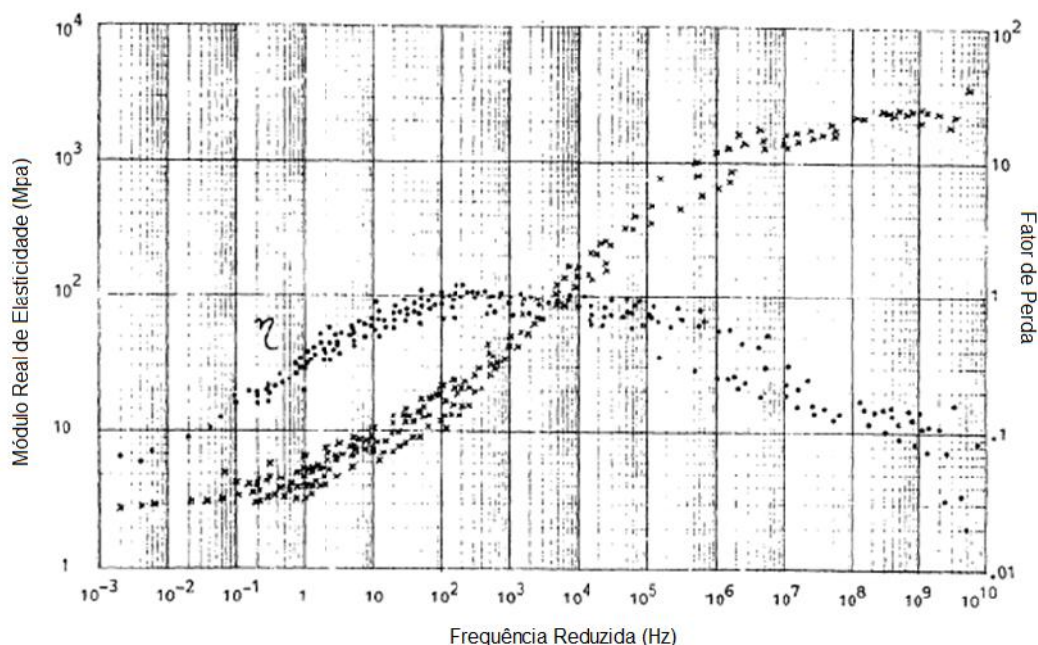


Figura 29 – Resultados consolidados do estudo Jones (1992)
(fonte: JONES, 1992)

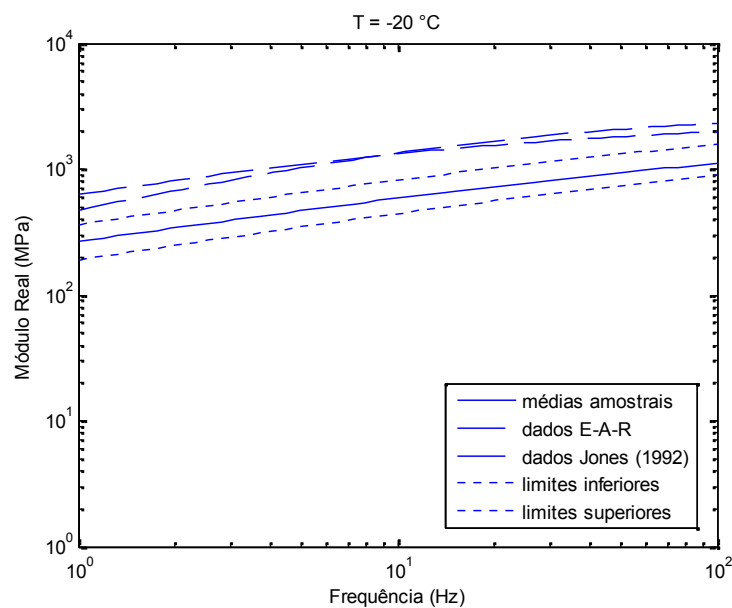


Figura 30 – Curvas para comparação a -20°C das médias amostrais, limites superiores e inferiores, dados do fabricante e dados de Jones (1992).

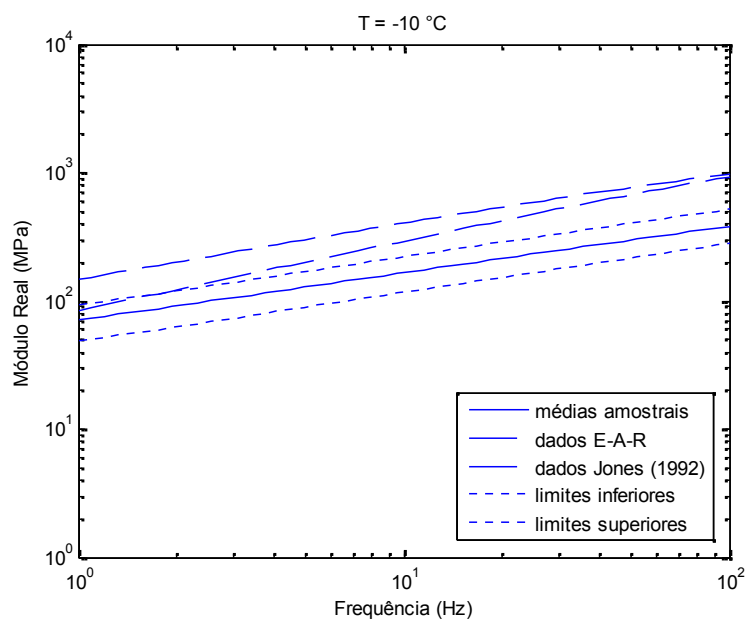


Figura 31 – Curvas para comparação a -10°C das médias amostrais, limites superiores e inferiores, dados do fabricante e dados de Jones (1992)

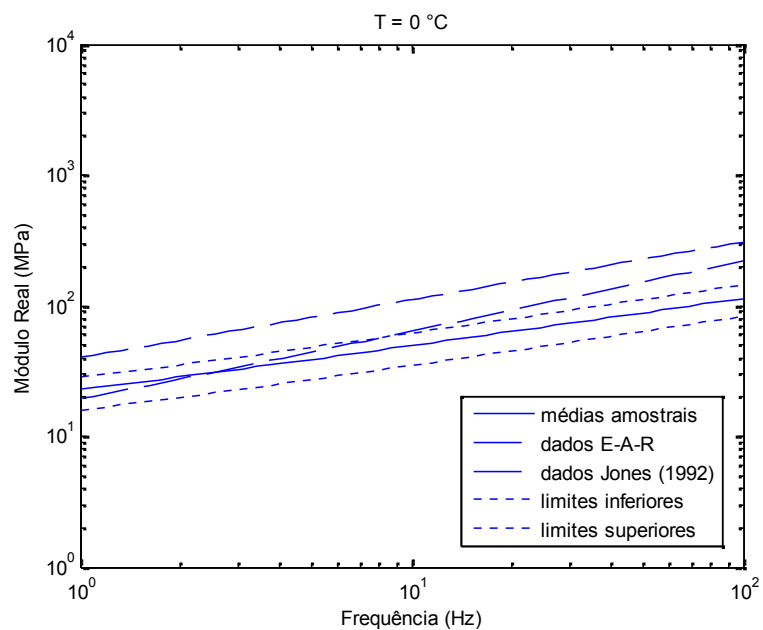


Figura 32 – Curvas para comparação a 0°C das médias amostrais, limites superiores e inferiores, dados do fabricante e dados de Jones (1992)

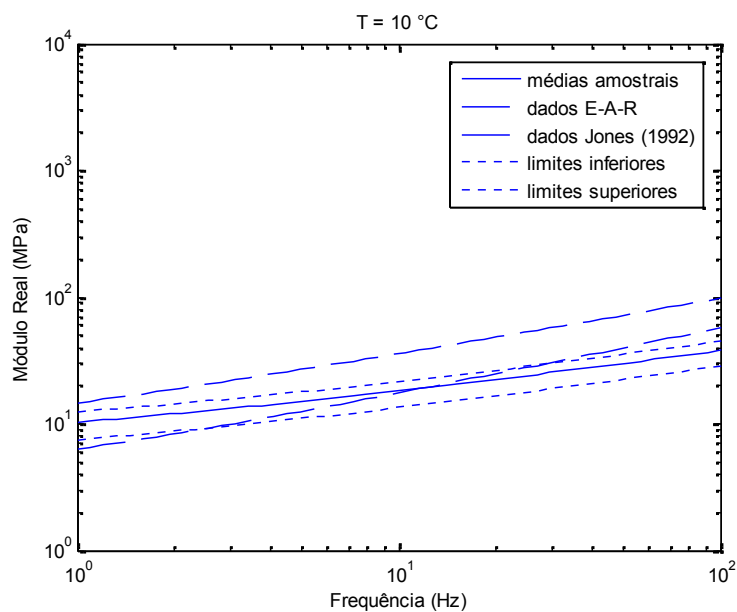


Figura 33 – Curvas para comparação a 10°C das médias amostrais, limites superiores e inferiores, dados do fabricante e dados de Jones (1992)

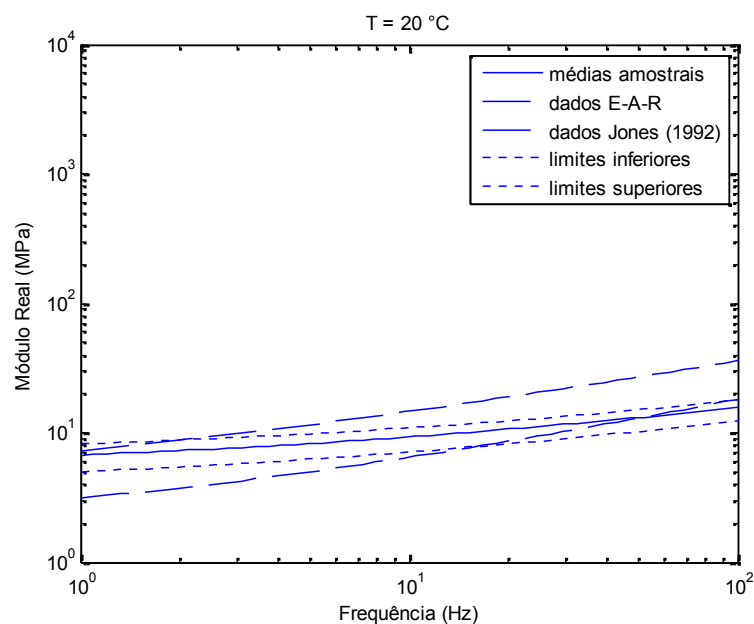


Figura 34 – Curvas para comparação a 20°C das médias amostrais, limites superiores e inferiores, dados do fabricante e dados de Jones (1992)

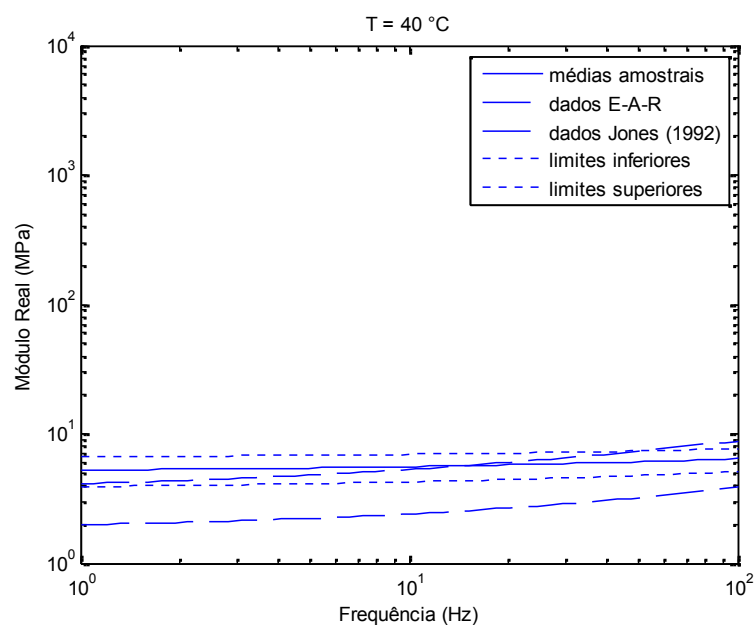


Figura 35 – Curvas para comparação a 40°C das médias amostrais, limites superiores e inferiores, dados do fabricante e dados de Jones (1992)

A -20°C , a curva do fabricante fica muito próxima da curva de Jones (1992). Contudo, à medida que a temperatura aumenta, a curva do fabricante se afasta da curva de Jones (1992) e se aproxima da curva desse trabalho. Já a partir de 20°C , a

curva de Jones (1992) começa a ficar próxima da curva desse trabalho, com a curva do fabricante se afastando das outras duas.

Ainda não se possui uma explicação cabal para as discrepâncias visualizadas nas figuras acima. Entende-se que dispersão amostral não seria o caso, posto que as curvas do fabricante e de Jones (1992) não estão, via de regra, situadas dentro dos limites inferior e superior construídos, que também são retratados nas figuras. O uso de métodos distintos também não parece ser a explicação, uma vez que o diagrama apresentado por Jones (1992), ilustrado na figura 29 e que se refere a um caso em que métodos experimentais distintos são utilizados na determinação das propriedades dinâmicas, não revela discrepância apreciável entre os pontos experimentais registrados.

A impressão que se tem é a de que "materiais distintos" foram comparados. E isso leva a considerar a hipótese de que amostras de lotes distintos de um mesmo material tenham sido considerados na comparação. Sabe-se que os processos de fabricação de materiais viscoelásticos ainda não possuem o mesmo controle de qualidade que os relativos a materiais metálicos, com diferenças bastante expressivas podendo ser constatadas (HILTON et HSU, 1991; BELDICA e HILTON, 1999). Cabe destacar que, no presente estudo, todas as amostras vieram de um mesmo lote.

Caso as amostras fossem todas de um mesmo lote e tivessem sido ensaiadas em épocas distintas (o que parece ser improvável, pelas próprias épocas de realização dos ensaios de Jones (1992) e do presente trabalho), poder-se-ia suspeitar dos efeitos do envelhecimento. O envelhecimento, contudo, não tem um efeito assim tão marcante (NASHIF et al, 1985).

5.4 DIFERENÇAS ENTRE TRATAMENTOS

No presente trabalho, buscou-se também uma melhor compreensão da estrutura dos dados experimentais obtidos, no tocante às eventuais diferenças existentes. Isso pode ser feito através de teste paramétrico, no caso a análise de

variância (anova) em experimento fatorial, ou de teste não paramétrico, correspondente à análise de variância.

5.4.1 Abordagem paramétrica

Considerou-se realizar, primeiramente, a abordagem paramétrica da análise de variância. Essa análise requer que os resíduos obedeçam à distribuição normal, com variâncias homogêneas (homocedasticidade) e independência. Os resíduos, como exposto a seção 3.6, são as diferenças entre as observações e a média de cada tratamento. Contudo, verificou-se que esses pressupostos não eram atendidos.

A figura 36 apresenta o gráfico normal de probabilidade dos resíduos, mostrando sua falta de normalidade, posto que deveriam se dispor ao longo de uma linha reta diagonal. As figuras 37 e 38 apresentam a disposição das variâncias dos resíduos em cada fator, ou seja, temperatura e frequência, onde se observa não haver homogeneidade, principalmente quanto à temperatura. Já a figura 39, utilizada para verificar a independência dos resíduos, revela que os pontos não estão distribuídos aleatoriamente no gráfico, o que deveria ocorrer.

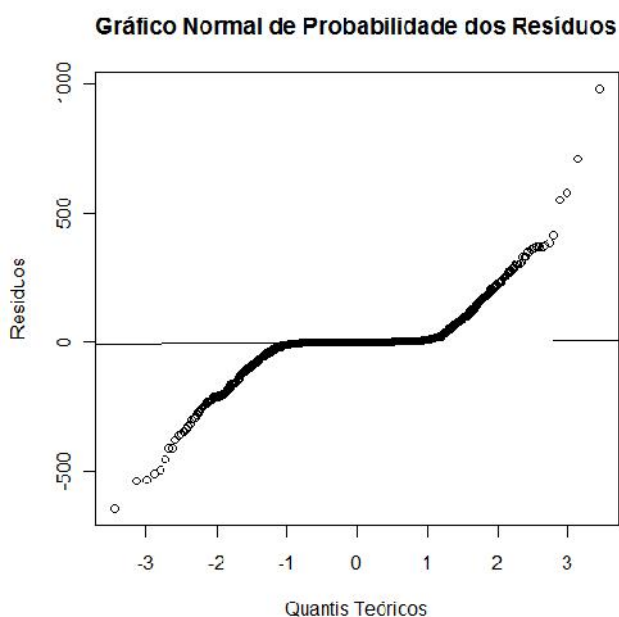


Figura 36 – Gráfico normal de probabilidade dos resíduos para teste da anova.

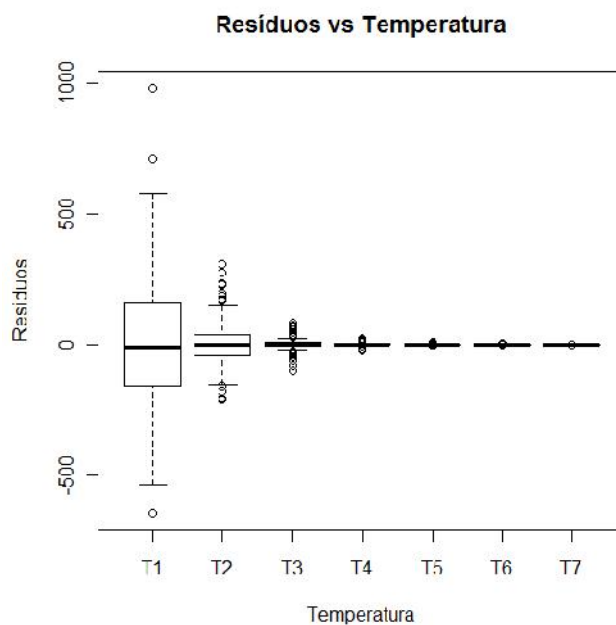


Figura 37 – Gráfico dos resíduos versus temperatura para verificar homogeneidade de variâncias do fator temperatura no teste da anova

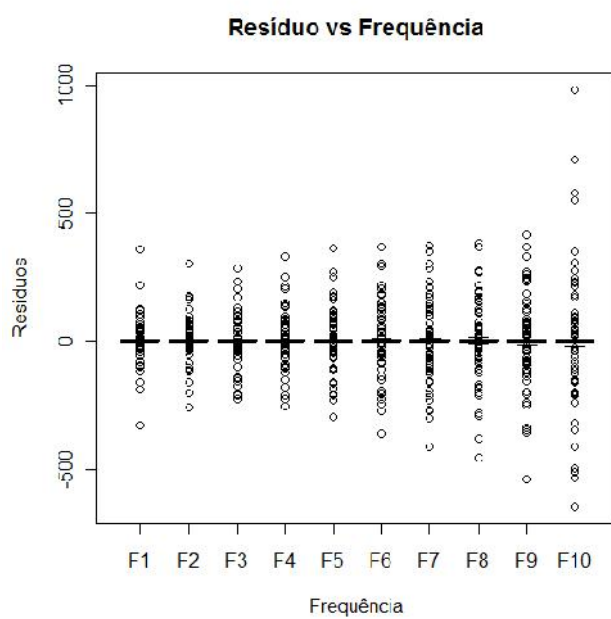


Figura 38 – Gráfico dos resíduos versus frequência para verificar homogeneidade de variâncias do fator frequência no teste da anova

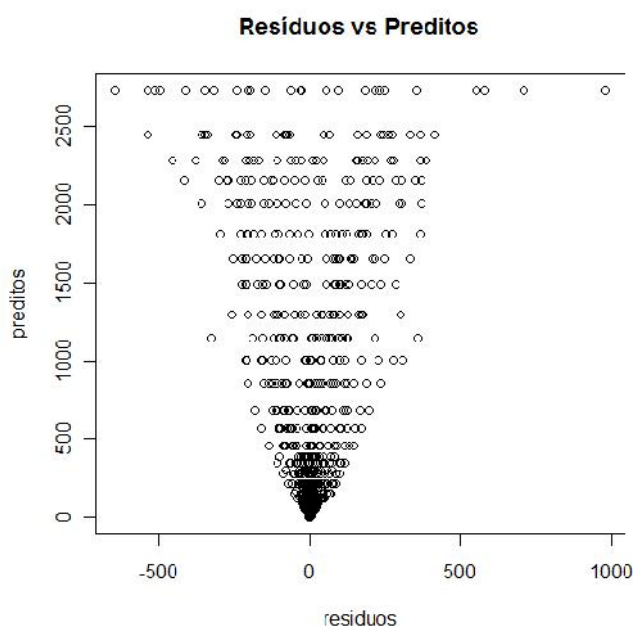


Figura 39 – Gráfico de valores preditos versus resíduos para verificar a independência dos resíduos no teste da anova

As figuras anteriores mostram que não seria possível utilizar a abordagem paramétrica para analisar os resultados obtidos.

Ainda assim, de modo a deixar a situação ainda mais clara, foram analisados os resultados do módulo real de cada um dos tratamentos através de histogramas e testes de normalidade. Os resultados correspondentes ao p-valor do teste de Shapiro-Wilk, realizado com ajuda do software R, encontram-se na tabela 25.

A hipótese testada foi a de que a amostra segue uma distribuição normal. Caso esta hipótese seja rejeitada, a hipótese alternativa é a de que a amostra não segue uma distribuição normal. Os resultados de p-valor maiores que o nível de significância de 0,05, correspondente a 95% de confiabilidade, são considerados não significativos, ou seja, a hipótese de normalidade não é rejeitada.

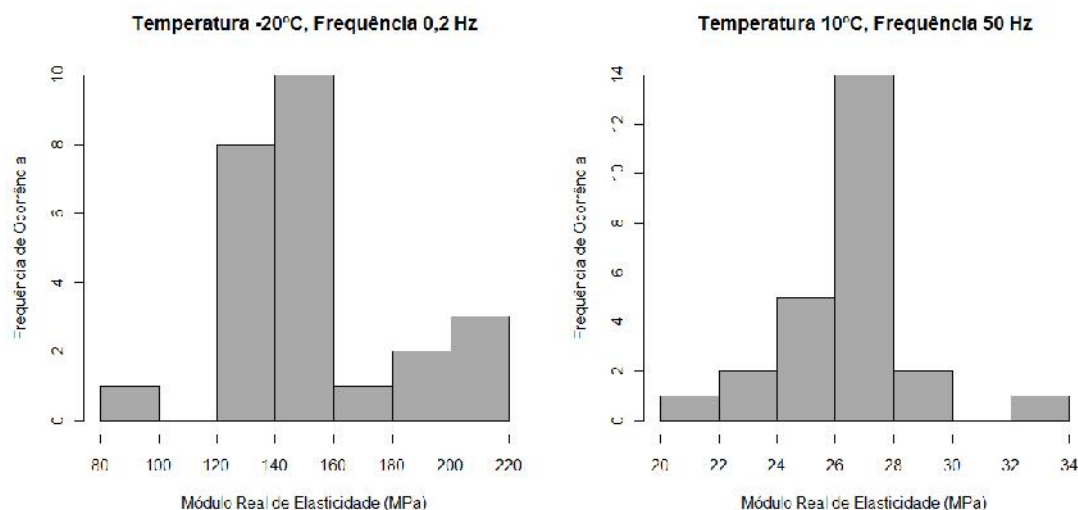
Apenas dois tratamentos, quais sejam, o correspondente à temperatura de -20°C e frequência de 0,2 Hz e o correspondente à temperatura de 10°C e frequência de 50 Hz, apresentaram um p-valor inferior a 0,05, o que representaria a rejeição da hipótese de normalidade. Porém, aplicando um nível de significância mais estrito, como 0,01, que corresponde a 99% de confiabilidade, poder-se-ia, então, não rejeitar a hipótese de normalidade da distribuição amostral.

Tabela 25 – Valores de p-valor obtidos para cada tratamento na realização do teste de Shapiro-Wilk.

Fator A: Temperatura (°C)	Fator B: Frequência (Hz)									
	F1 0,1	F2 0,2	F3 0,5	F4 1	F5 2	F6 5	F7 10	F8 20	F9 50	F10 100
T1 -40	0,78	0,98	0,20	0,26	0,30	0,36	0,35	0,67	0,26	0,57
T2 -20	0,09	0,01	0,14	0,34	0,45	0,53	0,65	0,83	0,91	0,26
T3 -10	0,19	0,63	0,31	0,23	0,19	0,22	0,23	0,27	0,40	0,26
T4 0	0,91	0,78	0,69	0,78	0,78	0,73	0,71	0,71	0,62	0,74
T5 10	0,36	0,36	0,96	0,96	0,91	0,64	0,31	0,14	0,04	0,16
T6 20	0,42	0,76	0,50	0,50	0,55	0,54	0,57	0,75	0,47	0,76
T7 50	0,14	0,14	0,14	0,14	0,13	0,13	0,13	0,12	0,32	0,15

Fonte: O autor.

A conclusão foi que os módulos reais de elasticidade são oriundos de populações normais para 68 dos 70 tratamentos, com 5% de significância, e para todos os tratamentos, com 1% de significância. A figura 40 apresenta os histogramas dos dois tratamentos que apresentaram o p-valor inferior a 0,05.

**Figura 40** - Histogramas dos módulos reais de elasticidade a -20°C e 0,2 Hz e 10°C e 50 Hz.

Contudo, apesar da normalidade dos tratamentos, o que geraria expectativas favoráveis para a utilização da abordagem paramétrica, as variâncias foram distintas. Já havia indicações deste fato conforme exposto na seção 5.2. Com

as análises complementares ora apresentadas, que são visualizadas, para alguns tratamentos, nos histogramas das figuras 41 a 44, observa-se que o comportamento característico de distribuição normal, no tocante à variância, não é encontrado.

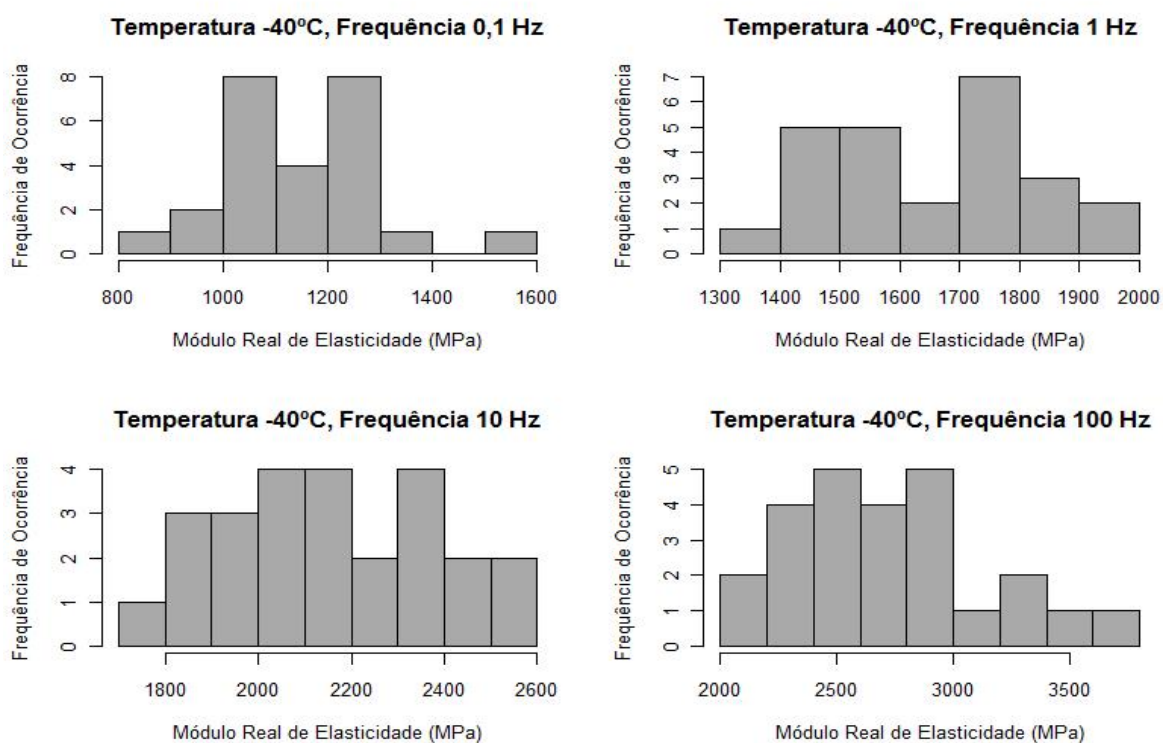


Figura 41 - Histogramas dos módulos reais de elasticidade a -40°C, nas frequências de 0,1 Hz, 1 Hz, 10 Hz e 100 Hz.

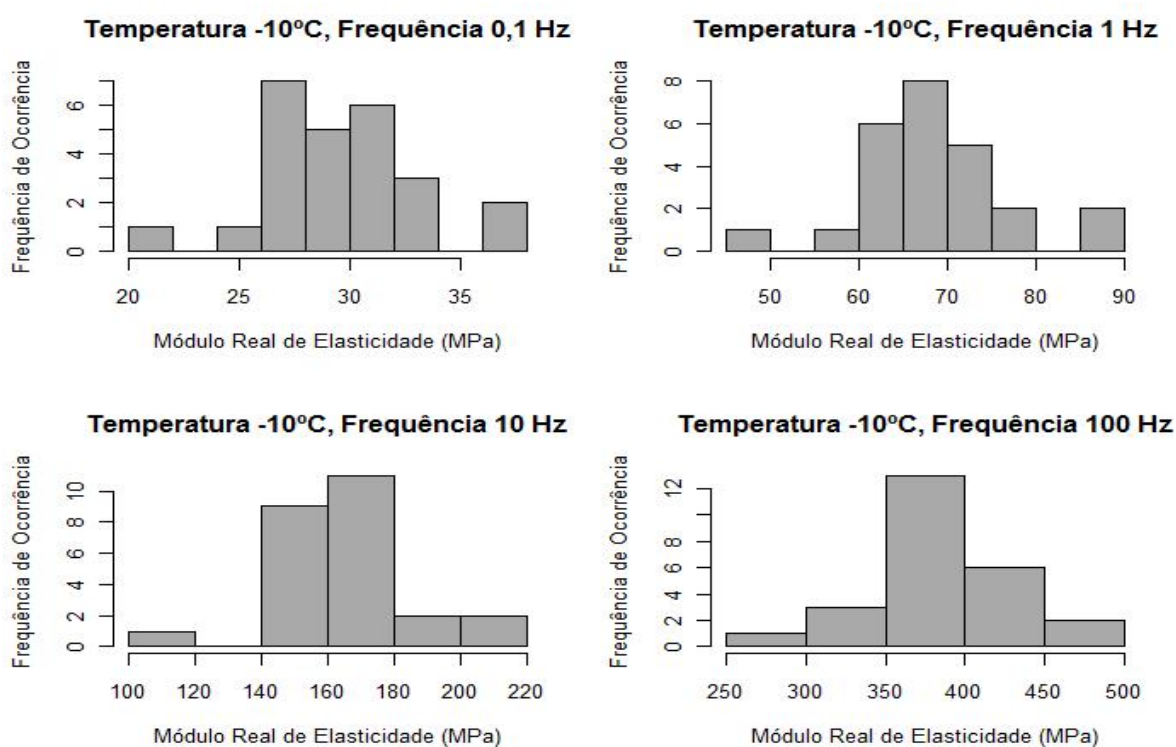


Figura 42 - Histogramas dos módulos reais de elasticidade a -10°C, nas frequências de 0,1 Hz, 1 Hz, 10 Hz e 100 Hz.

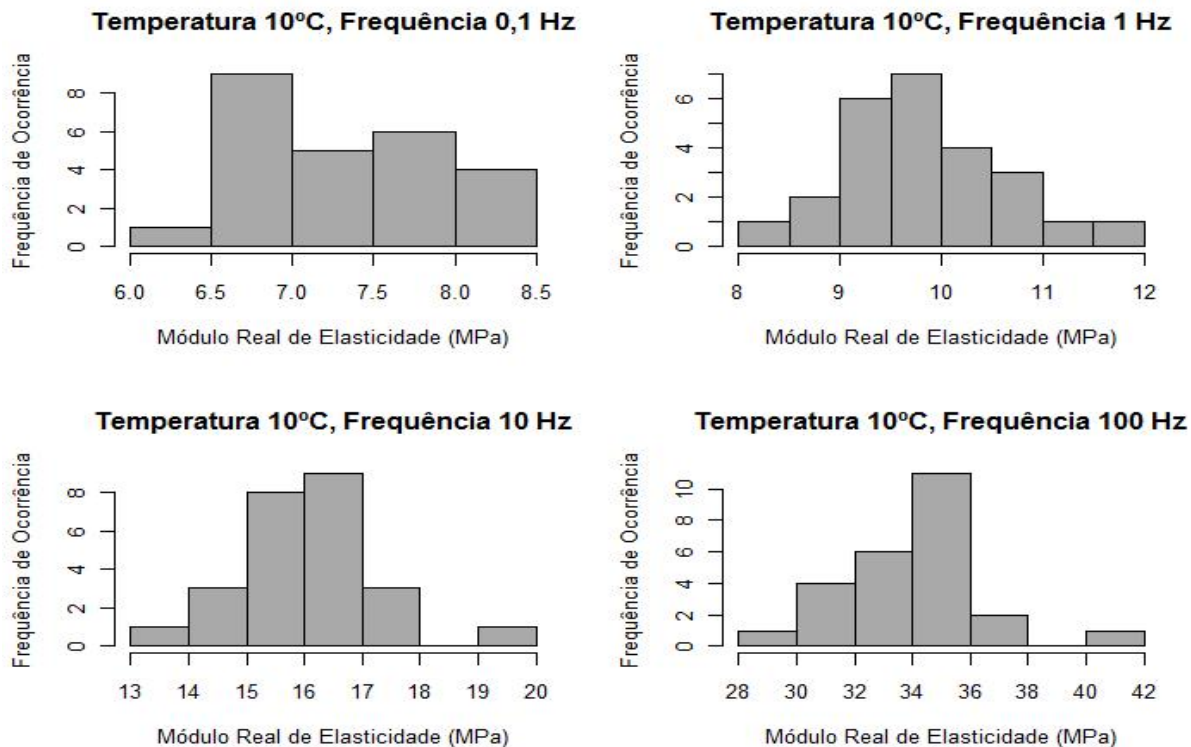


Figura 43 - Histogramas dos módulos reais de elasticidade a 10°C, nas frequências de 0,1 Hz, 1 Hz, 10 Hz e 100 Hz.

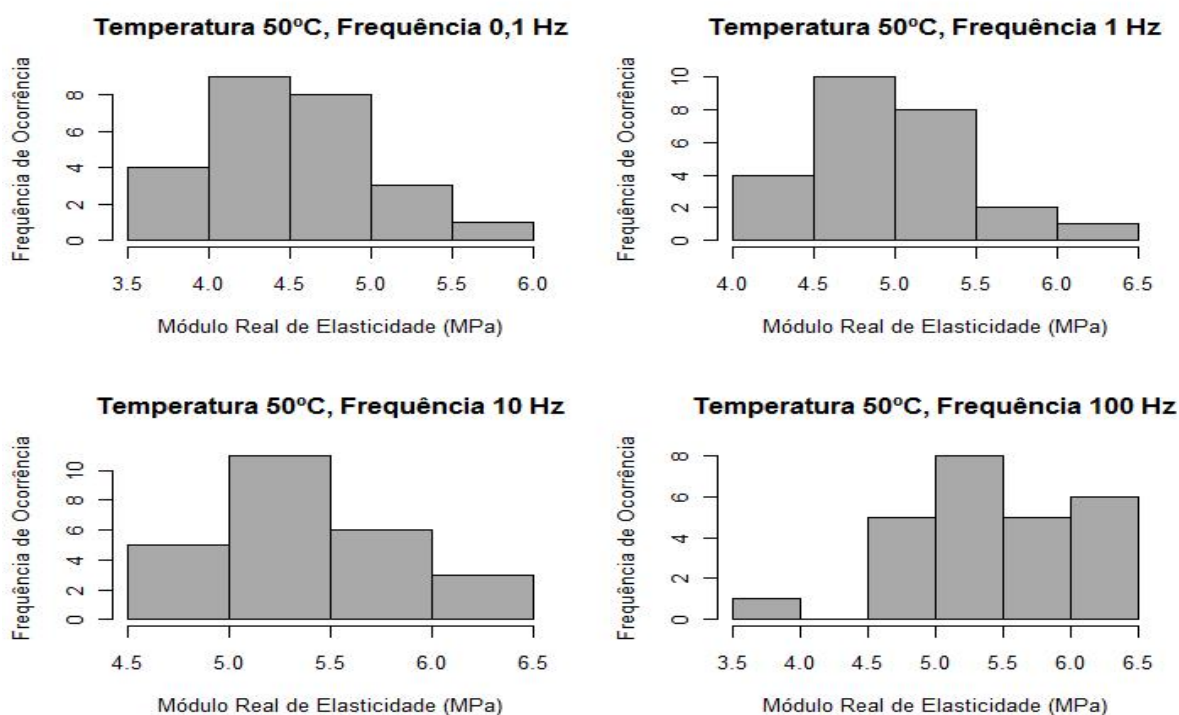


Figura 44 - Histogramas dos módulos reais de elasticidade a 50°C, nas frequências de 0,1 Hz, 1 Hz, 10 Hz e 100 Hz.

5.4.2 Abordagem não paramétrica

Face ao exposto na seção 5.4.1, recorreu-se, na análise dos dados, ao teste não paramétrico de Friedman, com 99% de confiabilidade, ou seja, com um nível de significância de 1%. Para utilização desta abordagem não paramétrica, foram utilizadas as médias em cada tratamento, devido à impossibilidade de utilização das repetições dos ensaios (vide seção 3.7).

Primeiramente, as temperaturas foram consideradas como sendo os blocos, enquanto as frequências foram as variáveis. Testou-se, então, a hipótese de existirem diferenças significativas entre os resultados nas frequências, dadas todas as temperaturas medidas. Os resultados encontram-se na tabela 26, sendo que os valores de p-valor menores do que 0,01 são considerados significativos.

Tabela 26 - Resultado do teste de Friedman para identificar diferenças em frequência.

Propriedade	P-valor	Conclusão
Módulo Real	4,53E-07	Existem diferenças significativas entre os resultados nas frequências, considerando todas as temperaturas.
Módulo imaginário	3,76E-03	Existem diferenças significativas entre os resultados nas frequências, considerando todas as temperaturas.
Fator de perda	0,946	Não existem diferenças significativas entre os resultados nas frequências, considerando todas as temperaturas.

Constata-se que os módulos de elasticidade, real e imaginário, apresentaram diferenças significativas. Assim, investigou-se quais diferiam entre si pelo método das comparações múltiplas. Esse método utiliza a diferença da soma dos postos entre as frequências em todas as temperaturas como padrão, para verificar as diferenças significativas. A diferença mínima significativa (d.m.s.) é um valor tabelado, que considera o número de colunas e linhas da tabela de entrada dos dados.

No teste em questão, tinha-se 7 linhas e 10 colunas, o que corresponde, para um nível de confiabilidade de 90%, a um valor de d.m.s igual a 34,65. Portanto, para as diferenças entre as somas dos postos nas colunas que fossem maiores que esse valor, existiriam diferenças significativas entre os resultados nas frequências, considerando todas as temperaturas ensaiadas. Cabe recordar que, pelo teste de Friedman, pode-se saber que existem diferenças significativas, contudo, é o teste de comparações múltiplas que indica quais tratamentos diferem entre si (vide seção 3.7). As tabelas 27 e 28 apresentam somente os resultados das frequências que apresentaram diferenças significativas.

Tabela 27 - Resultado do teste de comparações múltiplas para o módulo real de elasticidade.

Frequências (Hz)	Soma dos Postos	d.m.s	Diferença significativa
0,1-5	35	34,65	Sim
0,1-10	42	34,65	Sim
0,1-20	50	34,65	Sim
0,1-50	57	34,65	Sim
0,1-100	61	34,65	Sim
0,2-10	35	34,65	Sim
0,2-20	43	34,65	Sim
0,2-50	50	34,65	Sim
0,2-100	54	34,65	Sim
0,5-20	36	34,65	Sim
0,5-50	43	34,65	Sim
0,5-100	47	34,65	Sim
1-50	36	34,65	Sim
1-100	40	34,65	Sim

Fonte: O autor

Tabela 28 - Resultado do teste de comparações múltiplas para o módulo imaginário de elasticidade.

Frequências (Hz)	Soma dos Postos	d.m.s	Diferença significativa
0,1-20	35	34,65	Sim
0,1-50	40	34,65	Sim
0,1-100	55	34,65	Sim
0,2-50	38	34,65	Sim
0,2-100	53	34,65	Sim
0,5-100	44	34,65	Sim
1-100	39	34,65	Sim

Fonte: O autor

As figuras 45 a 47 mostram as somas dos postos para cada tratamento, sendo possível visualizar mais claramente as frequências que diferem entre si.

O fator de perda não apresentou diferenças significativas, o que pode ser observado na figura 47, que revela uma homogeneidade nos resultados distribuídos ao longo da frequência.

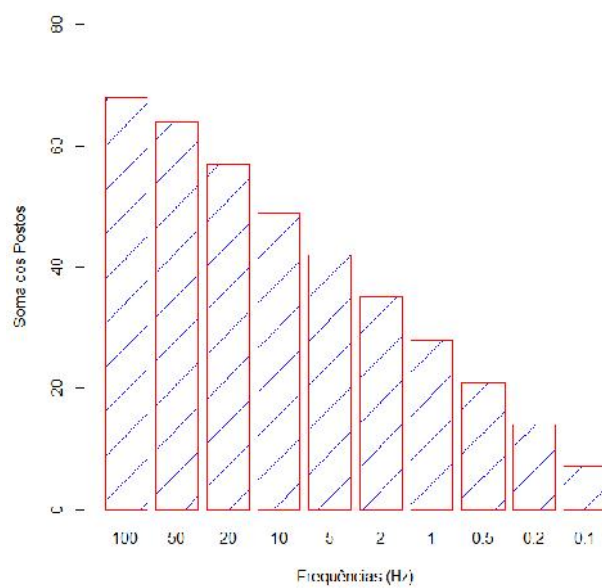


Figura 45 – Soma dos postos para o módulo real de elasticidade

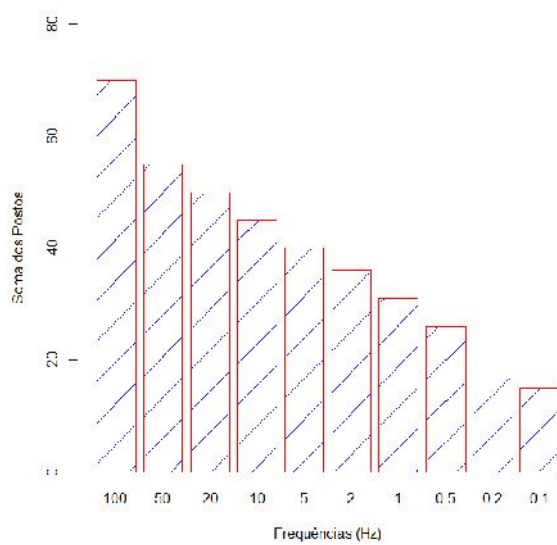


Figura 46 – Soma dos postos para o módulo imaginário de elasticidade

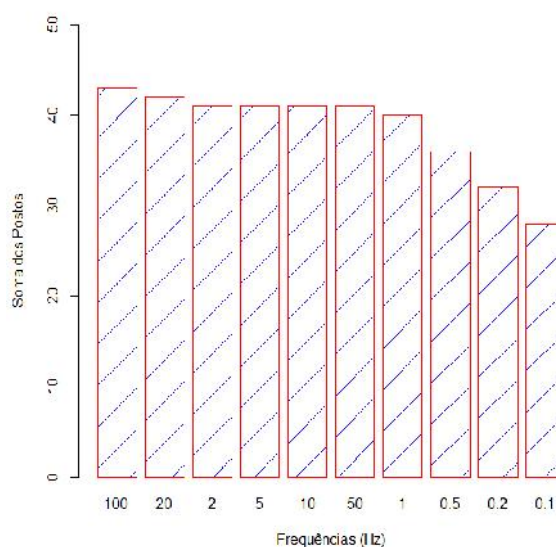


Figura 47 – Soma dos postos para o fator de perda

As frequências muito próximas não diferem entre si nos resultados do teste de Friedman, o que indica não haver diferenças significativas nos valores dos módulos entre essas frequências, quando ensaiadas nas temperaturas estudadas. Isto sugere que se poderia excluir do ensaio as frequências que geram respostas significativamente iguais, caso seja conveniente trabalhar com um número menor de frequências, visando tornar o experimento mais expedito. Contudo, observa-se que, para o tipo de experimento realizado neste estudo, o tempo de ensaio não diminuiria de forma significativa, ao se retirarem algumas frequências.

Realizou-se também o mesmo teste considerando as frequências como os blocos e as temperaturas como variáveis, para fazer a mesma verificação, agora em temperatura. A tabela 29 apresenta o resultado do teste de Friedman sob a hipótese de existirem diferenças significativas entre os resultados nas temperaturas, dadas todas as frequências medidas. Os resultados de p-valor menores que 0,01 indicam diferenças significativas.

Tabela 29 - Resultado do teste de Friedman para identificar diferenças em temperatura.

Propriedade	P-valor	Conclusão
Módulo Real	4,50E-08	Existem diferenças significativas entre os resultados nas temperaturas, considerando todas as frequências.
Módulo imaginário	5,39E-08	Existem diferenças significativas entre os resultados nas temperaturas, considerando todas as frequências.
Fator de perda	6,28E-05	Existem diferenças significativas entre os resultados nas temperaturas, considerando todas as frequências.

Fonte: O autor

Constata-se que tanto os módulos de elasticidade, real e imaginário, quanto o fator de perda apresentaram diferenças significativas. Assim, investigou-se quais tratamentos diferiam entre si pelo método das comparações múltiplas, da mesma forma que no caso das frequências.

A d.m.s encontrada foi igual a 27,27. As tabelas 30 a 32 apresentam somente os resultados das temperaturas que apresentaram diferenças significativas.

Tabela 30 - Resultado do teste de comparações múltiplas para o módulo real de elasticidade.

Temperaturas (°C)	Soma dos Postos	d.m.s	Diferença significativa
-40-0	30	27,27	Sim
-40-10	40	27,27	Sim
-40-20	50	27,27	Sim
-40-50	60	27,27	Sim
-20-10	30	27,27	Sim
-20-20	40	27,27	Sim
-20-50	50	27,27	Sim
-10-20	30	27,27	Sim
-10-50	40	27,27	Sim
0-50	30	27,27	Sim

Fonte: O autor

Tabela 31 - Resultado do teste de comparações múltiplas para o módulo imaginário de elasticidade.

Temperaturas (°C)	Soma dos Postos	d.m.s	Diferença significativa
-40-0	29	27,27	Sim
-40-10	39	27,27	Sim
-40-20	49	27,27	Sim
-40-50	59	27,27	Sim
-20-10	31	27,27	Sim
-20-20	41	27,27	Sim
-20-50	51	27,27	Sim
-10-20	30	27,27	Sim
-10-50	40	27,27	Sim
0-50	30	27,27	Sim

Fonte: O autor

Tabela 32 - Resultado do teste de comparações múltiplas para o fator de perda.

Temperaturas (°C)	Soma dos Postos	d.m.s	Diferença significativa
-40--10	37	27,27	Sim
-40-0	36	27,27	Sim
-20-50	33	27,27	Sim
-10-20	31	27,27	Sim
-10-50	49	27,27	Sim
0-20	30	27,27	Sim
0-50	48	27,27	Sim
10-50	36	27,27	Sim

Fonte: O autor

Nota-se, ao analisar os resultados das diferenças significativas entre as temperaturas, que existe igualdade significativa nos resultados dos módulos entre as temperaturas que se encontram na mesma região de variação (vítrea, transição e elástica). Conforme ocorre a mudança da região, também ocorrem as diferenças significativas nos valores dos módulos entre as temperaturas. As respostas obtidas para o módulo real de elasticidade e para o módulo imaginário de elasticidade foram iguais, portanto, serão apresentados apenas os resultados do módulo real e do fator de perda.

As figuras 48 e 49 mostram as somas dos postos para cada tratamento, sendo possível visualizar as temperaturas que diferem entre si.

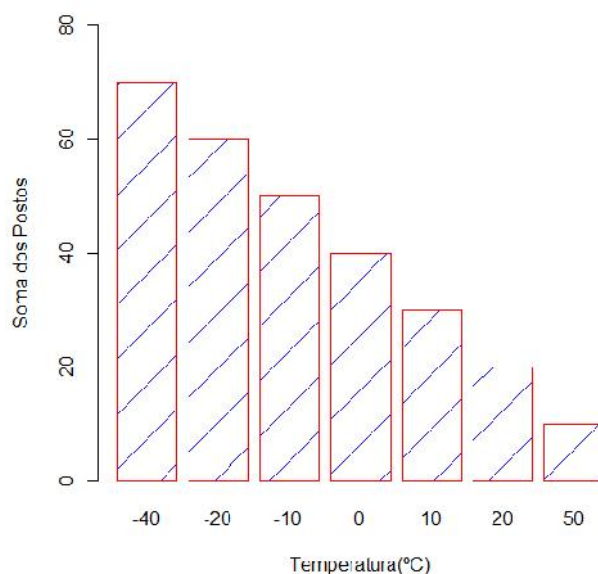


Figura 48 – Soma dos postos para o módulo real de elasticidade

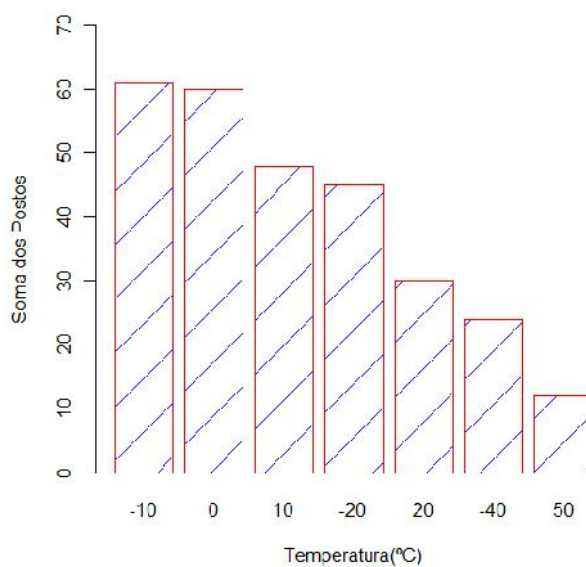


Figura 49 – Soma dos postos para o fator de perda

Para uma melhor compreensão do resultado apresentado nas figuras 48 e 49, que mostram a aproximação entre as temperaturas que possuem os valores de módulo real e fator de perda significativamente iguais, elaboraram-se as figuras 50 e 51. Essas figuras mostram, em faixas, para o módulo real e para o fator de perda, as temperaturas significativamente iguais em cada temperatura. Em cada faixa correspondente, as temperaturas que estiverem fora da linha demarcada são

consideradas significativamente diferentes da temperatura da respectiva faixa, sempre com base nos resultados do teste de Friedman.

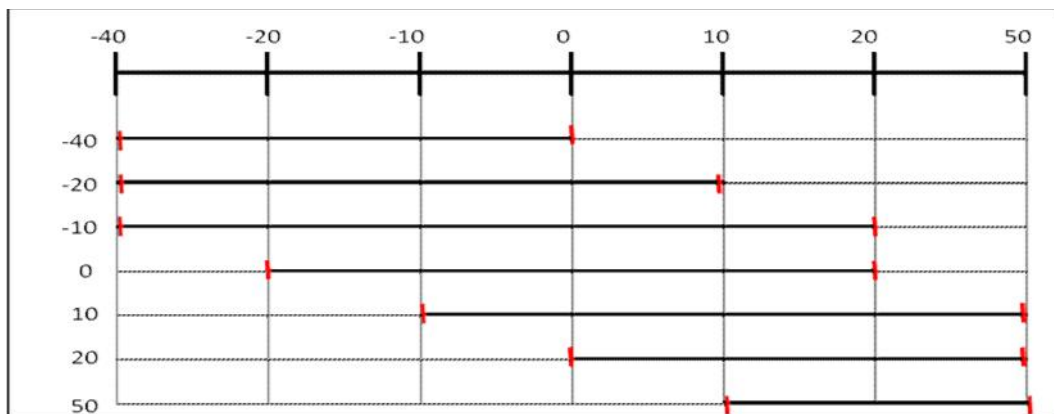


Figura 50 – Temperaturas nas quais o teste de Friedman sugere que os tratamentos são significativamente iguais para os módulos reais de elasticidade.

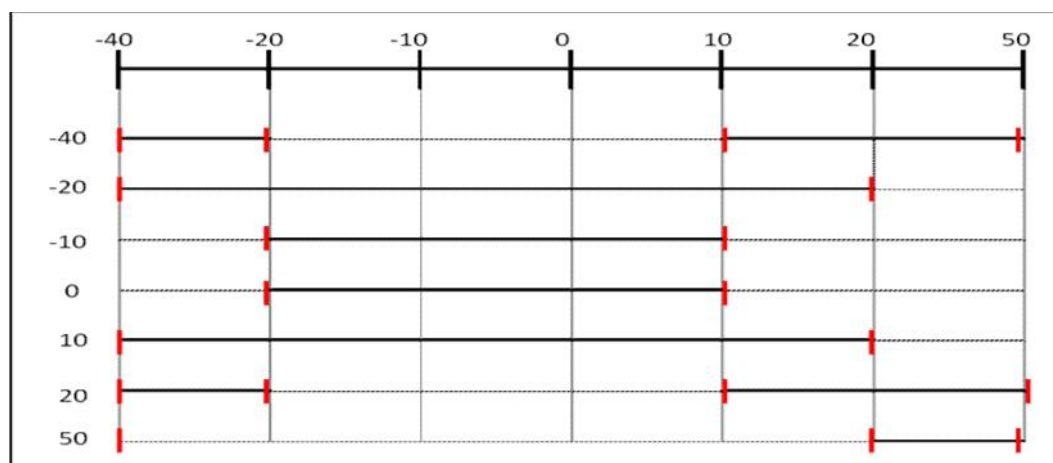


Figura 51 – Temperaturas nas quais o teste de Friedman sugere que os tratamentos são significativamente iguais para os fatores de perda.

Observando as faixas de temperatura significativamente iguais, pode-se constatar que o resultado do teste indica que, em determinadas temperaturas, os valores dos módulos reais de elasticidade coletados e os valores dos fatores de perda coletados são significativamente iguais. Isso leva a crer que poderia ser obtido o mesmo resultado de caracterização dinâmica do material poderia ter sido obtido, sem que determinadas temperaturas tivessem sido consideradas.

O resultado do teste de Friedman para diferenças em temperatura indica que, a -20°C , os valores coletados são significativamente iguais aos de -40°C , -10°C , 0°C

e 10°C para o módulo real de elasticidade, e significativamente iguais aos de -40°C, -10°C, 0°C, 10°C e 20°C para o fator de perda. Indica também que, a 20°C, os valores coletados são significativamente iguais aos de 0°C, 10°C, 0°C e 50°C para o módulo real de elasticidade, e significativamente iguais aos de -40°C, 10°C, 20°C e 50°C para o fator de perda. Para o fator de perda, crê-se que isto se deve ao fato de que, a partir de 20°C, o material começa a entrar na região elástica e, portanto, o fator de perda começa a assumir valores mais baixos, assim como na região vítrea, que está associada à temperatura de -40°C.

Considerando que as temperaturas de -20°C e 20°C teriam valores significativamente iguais aos coletados em outras temperaturas medidas, poder-se-ia realizar a caracterização dinâmica sem incluir estas temperaturas. Para verificar esta alternativa, construiu-se um nomograma de frequência reduzida, apresentado na figura 52, em que os dados nestas temperaturas não foram considerados na caracterização dinâmica, e comparou-se o resultado obtido com o alcançado anteriormente, com os dados de todas as temperaturas. A comparação está ilustrada nas figuras 53 a 57, novamente para o módulo real de elasticidade, pela representatividade.

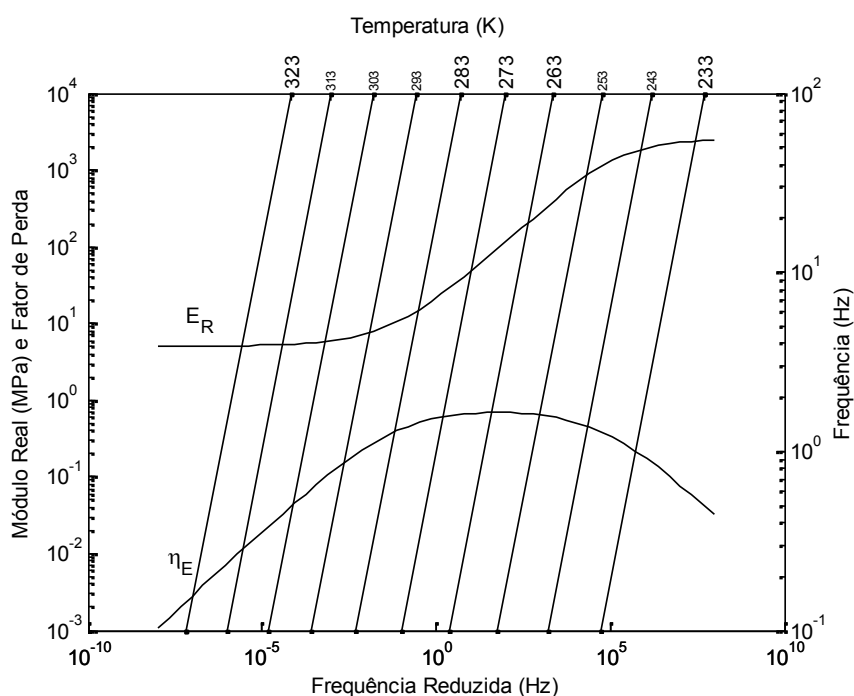


Figura 52 – Nomograma de frequência reduzida das médias amostrais sem os dados das temperaturas de -20°C e 20°C.

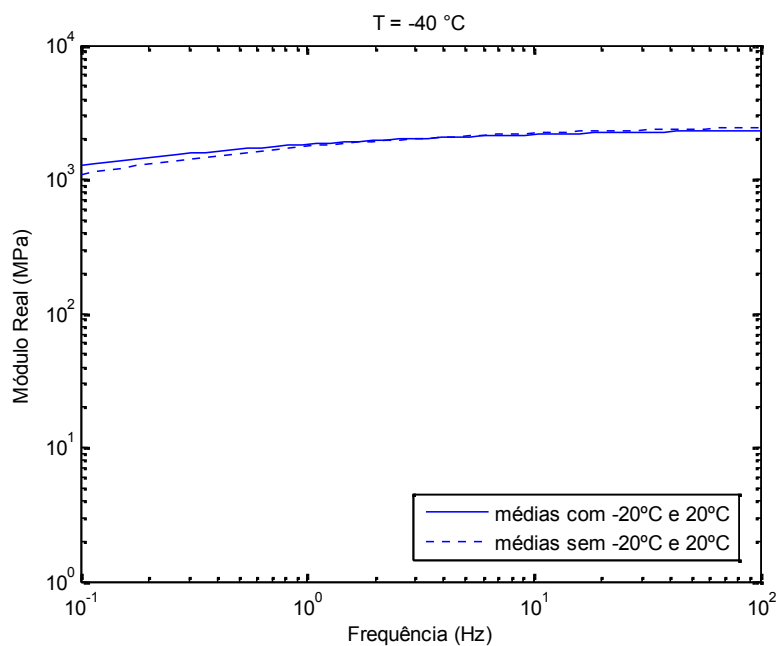


Figura 53 – Curvas para comparação, a -40°C, das médias amostrais com e sem as temperaturas de -20°C e 20°C.

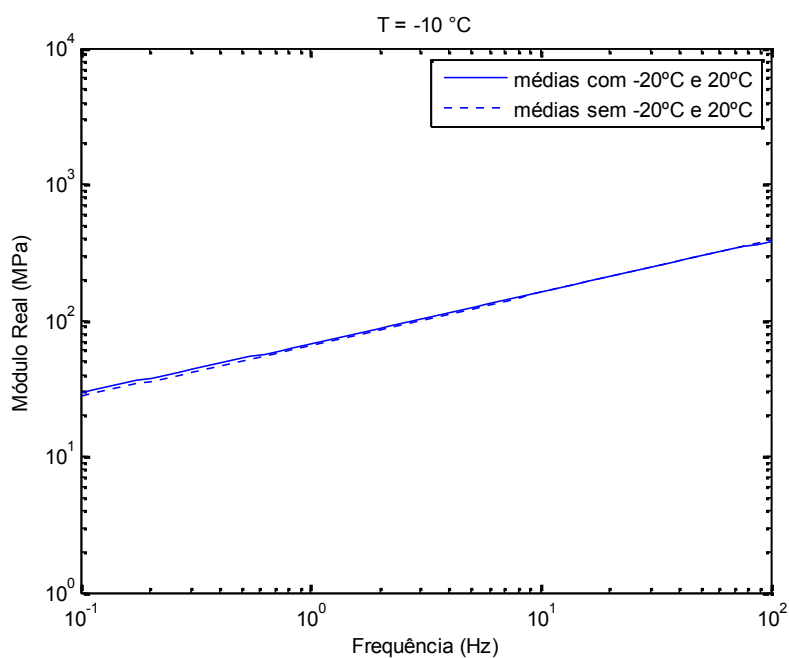


Figura 54 – Curvas para comparação, a -10°C, das médias amostrais com e sem as temperaturas de -20°C e 20°C.

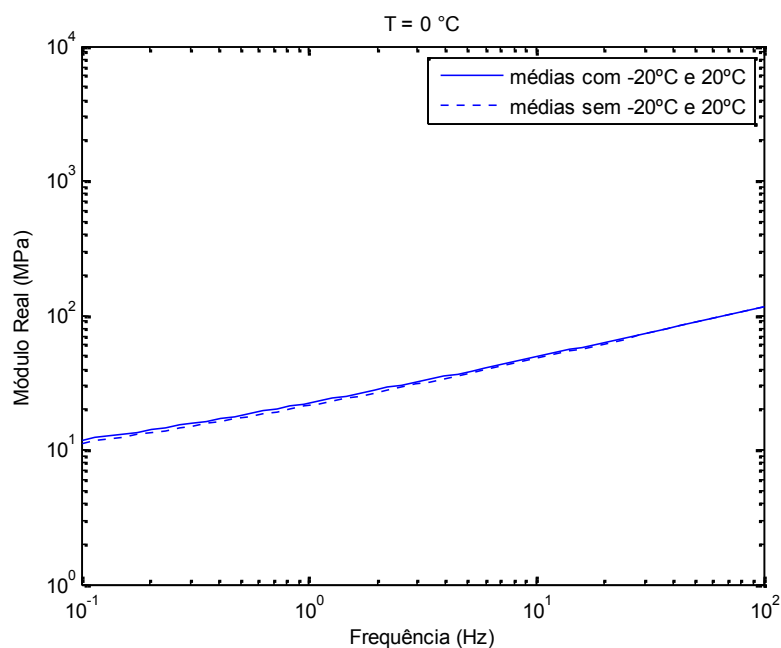


Figura 55 – Curvas para comparação, a 0°C, das médias amostrais com e sem as temperaturas de -20°C e 20°C.

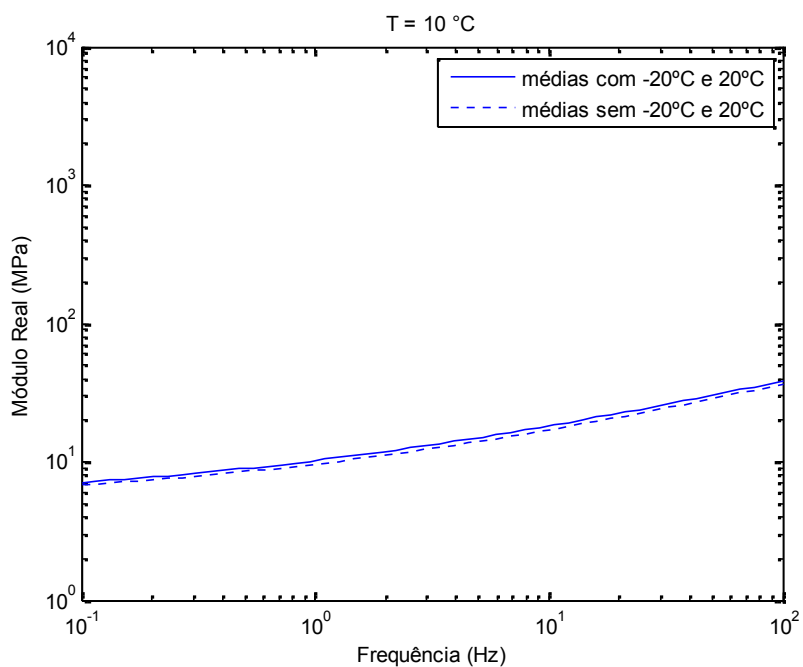


Figura 56 – Curvas para comparação, a 10°C, das médias amostrais com e sem as temperaturas de -20°C e 20°C.

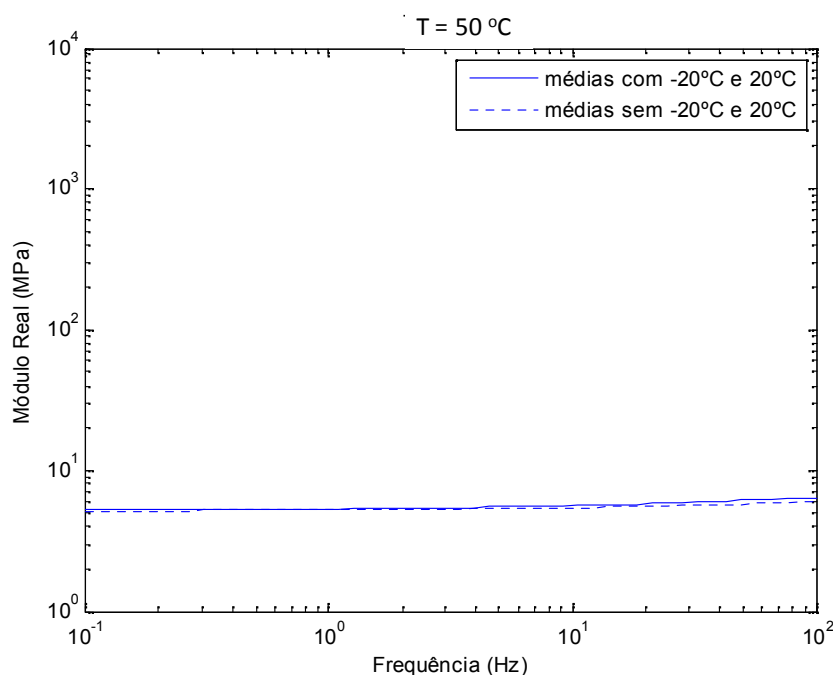


Figura 57 – Curvas para comparação, a 50°C, das médias amostrais com e sem as temperaturas de -20°C e 20°C.

As diferenças observadas nas figuras anteriores são completamente irrelevantes em projetos de controle de vibrações com materiais viscoelásticos. Dessa forma, pode-se afirmar que a caracterização dinâmica do material poderia ter sido feita excluindo-se dos ensaios duas temperaturas, o que resultaria, em cada temperatura, numa redução de 30 minutos, correspondente ao tempo de estabilização, mais 15 minutos que é o tempo necessário para programar o experimento na temperatura desejada para o equipamento atingir essa temperatura. Ou seja, um total de 90 minutos por amostra poderia ser economizado.

Como o teste de Friedman não necessita de repetições para ser realizado e não possui pressuposições a serem atendidas, entende-se ele poderia ser bastante útil na realização de caracterizações dinâmicas preliminares em materiais viscoelásticos. Poderia, por exemplo, ser realizado um ensaio prévio, com várias frequências e temperaturas, e, ao resultado, aplicar o teste de Friedman, para identificação das frequências e temperaturas significativas para a caracterização do material. Com base nisso, seriam então realizados os demais ensaios necessários, somente com os níveis significantes, com economia de tempo e recursos.

6 CONCLUSÃO

6.1 CONSIDERAÇÕES FINAIS

Os materiais viscoelásticos têm sido largamente utilizados no desenvolvimento de projetos de controle passivo de vibrações devido às suas propriedades dinâmicas. O conhecimento detalhado do comportamento dinâmico do material é indispensável para se alcançar um bom resultado.

Esse estudo analisou o comportamento dinâmico de um material viscoelástico típico, determinando as propriedades dinâmicas, quais sejam, os módulos real e imaginário de elasticidade e o correspondente fator de perda, através da análise em temperaturas e frequências pré-determinadas. O experimento foi conduzido como um experimento fatorial, em que os fatores de variação estudados foram temperatura e frequência, sendo cada combinação de fatores denominado um tratamento.

Os resultados experimentais obtidos foram preliminarmente considerados consistentes após a realização de uma análise inicial dos dados, feita com o auxílio de gráficos wicket.

Foram calculados, para todas as temperaturas e frequências, ou seja, para cada tratamento, estatísticas descritivas. A média, o desvio padrão, o coeficiente de variação e intervalos de confiança para média amostral com 90% de confiabilidade foram apresentados. Também se apresentou o número de elementos amostrais contidos em cada intervalo de confiança, de modo a indicar a concentração dos dados em torno da média.

Nota-se que a dispersão, embora não seja, de modo geral, elevada, também não pode ser considerada desprezável, tendo em vista o fato de que se encontra bem acima do valor observado em materiais metálicos de uso corrente em Engenharia, que é da ordem de 3%.

A caracterização dinâmica obtida para o material estudado foi comparada com caracterizações do mesmo material oriundas de duas outras fontes. Uma delas veio do próprio fabricante e outra de um estudo multi-laboratorial, em que o material

foi caracterizado por diversos laboratórios, que utilizaram distintos métodos de investigação.

As curvas elaboradas na comparação entre as três fontes consideradas não mostraram concordância completa, mas apenas parcial e, ainda assim, de duas em duas. Uma possível explicação é que, como já relatado na literatura, os processos de fabricação de materiais viscoelásticos ainda não possuem o mesmo controle de qualidade já alcançado em materiais metálicos. Porém, estudos mais específicos e aprofundados seriam necessários para se afirmar isso.

No tocante à relação entre os tratamentos, constatou-se, através de histogramas e do teste de Shapiro-Wilk, que os dados relativos a cada tratamento seguiam uma distribuição normal, porém com variâncias distintas, o que inviabilizou o uso de uma abordagem paramétrica, uma vez que os pressupostos correspondentes não foram atendidos.

Assim, uma abordagem não paramétrica, o teste de Friedman, foi empregada, testando-se a hipótese de haver diferenças significativas, primeiramente em frequências e, na sequência, em temperaturas. O teste foi significativo tanto em frequências como em temperaturas.

Aplicou-se, então, o teste de comparações múltiplas, primeiramente para diferenças em frequências. Foi mostrado que, em algumas frequências ensaiadas, os resultados dos módulos de elasticidade coletados seriam significativamente iguais, indicando que os resultados nessas frequências traziam as mesmas informações, sendo possível, em decorrência, retirar algumas delas da caracterização. O resultado desse teste para as diferenças em temperaturas também mostrou que havia temperaturas cujos resultados correspondentes de módulos de elasticidade seriam significativamente iguais, apontando para a possibilidade de retirar duas temperaturas de ensaio, -20°C e 20°C .

A comprovação de que a caracterização dinâmica do material poderia ser feita sem considerar as duas temperaturas de ensaio acima citadas foi feita graficamente, comparando as curvas médias obtidas com todas as temperaturas e as obtidas retirando da caracterização as temperaturas redundantes. A comparação entre as curvas mostra claramente que não há diferenças significativas para projetos de controle de vibrações. Cabe salientar que a retirada de duas temperaturas corresponderia a uma redução de 90 minutos no tempo de ensaio de cada amostra.

6.2 SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS

Neste trabalho, foram investigados os módulos longitudinais de elasticidades e o correspondente fator de perda. Seria de grande valia investigar também as propriedades dinâmicas ao cisalhamento, não só para comparação como o presente estudo como ainda para analisar o que ocorre com o coeficiente de Poisson.

Seria também de grande valia um estudo sistemático que comparasse detalhadamente as caracterizações dinâmicas obtidas para um mesmo material, testado sob as mesmas condições, porém com ambas oriundas de diferentes lotes de fabricação.

Por fim, sugere-se que, junto com as variáveis temperatura e frequência, seja também considerada a amplitude de excitação dinâmica, de modo a explorar o comportamento não linear do material.

REFERÊNCIAS

BELDICA, C.E.; HILTON, H.H.; **Analytical and Computational Simulations of Experimental Determinations of Deterministic and Random Linear Viscoelastic Constitutive Relations**. Journal of Sandwich Structures and Materials. 1999.

BOCI GA, E.; JARUGA, T.; **Dynamic Mechanical Properties of Parts From Multicavity Injection Mould**. Journal of Achievements in Materials and Manufacturing Engineering. Vol. 23. Issue 2. August 2007.

CAMPOS, H.; **Estatística Experimental Não-paramétrica**. 4. ed. Piracicaba: Esalq, Departamento de Matemática e Estatística, 1983.

DALL'ANTONIA, A. C.; MARTINS, M. A.; MORENO, R. M. B.; MATTOSO, L. H. C.; JOB, A. E.; FERREIRA, F. C.; GONÇALVES, P. S.; **Avaliação de Clones de Borracha Natural Crua por Ensaios Padrão e Análise Dinâmico-Mecânica**. Polímeros: Ciência e Tecnologia. Vol. 16, No 3. pp. 239-245. 2006.

DANDEKAR, D. P.; GREEN, J. L.; HANKIN, M.; MARTIN, A. G.; WEISGERBER, W.; SWANSON, R.A.; **Deformation of Isodamp (A Polyvinyl Chloride-Based Elastomer) at Various Loading Rates**. Army Lab Command Watertown MA Material Technology Lab. 1991.

DENAY, A.G.; CASTAGNET, S.; ROY, A.; ALISE, G.; **Creep Compression Behaviour of a Polyurethane Foam From Cryogenic Temperatures: Size Effect and Long-Term Prediction**. ICEM 14 – 14th International Conference on Experimental Mechanics. 2010.

E-A-R Speciality Composites. **Technical Data Sheet TDS-19- ISODAMP C-1000 Series Isolation Materials**. USA. 1996.

ESPÍNDOLA, J. J., SILVA NETO, J. M. E LOPES, E. M. O.; **On the Measurement of the Dynamic Properties of Viscoelastic Materials**. Anais do 2º Congresso Temático de Aplicações de Dinâmica e Controle (DINCON), Ed.: J. M. Balthazar et al, Vol. 2, São José dos Campos, Brasil. pp. 2452-2464. 2003.

ESPÍNDOLA, J.J.; LOPES; E.M.O.; SILVA NETO; J.M.; **A Generalised Fractional Derivative Approach to Viscoelastic Material Properties Measurement**. Applied Mathematics and Computation. Vol. 164. pp. 493-506. 2005.

ESPÍNDOLA, J. J.; BAVASTRI, C. A.; LOPES, E.M.O.; **Design of Optimum Systems of Viscoelastic Vibration Absorbers for a Given Material Based on the Fractional Calculus Model.** Journal of Vibration and Control. Vol. 14. pp. 1607-1630. 2008.

FERRY, J.D.; **Viscoelastic Properties of Polymers.** 3. ed. John Wiley & Sons. 1980.

FERRY, J. D.; FITZGERALD, E. R.; GRANDINE, L. D. JR.; WILLIAMS, M. L.; **Temperature Dependence of Dynamic Properties of Elastomers; Relaxation Distributions.** Industrial and Engineering Chemistry. Vol. 44. 1952.

GENT, A.N.; **Engineering with Rubber: How to Design Rubber Components.** 2^o ed. Munich: Hanser, 2001.

GIBRA, I.N.; **Probability and Statistical Inference for Scientists and Engineers.** Prentice Hall, Inc. 1973.

GNATOWSKI, A.; KOSZKUL, J.; **Investigation on PA/PP Mixture Properties by Means of DMTA Method.** Journal of Materials Processing Technology. Vol. 175. pp. 212–217. 2006.

HIBBELER, R.C.; **Mechanics of Materials.** 7 ed. Pearson Prentice Hall. 2008.

HILTON, H.H.; HSU, J.; **Linear Viscoelastic Analysis With Random Material Properties.** Probabilistic Engineering Mechanics. Vol 6. pp. 57-69. 1991.

HINES, W. W.; MONTGOMERY, D. C.; **Probability and Statistics in Engineering and Management Science.** 3. ed. New York. John Wiley & Sons. 1990.

JAUNICH, M.; STARK, W.; WOLFF, D.; **A New Method to Evaluate the Low Temperature Function of Rubber Sealing Materials.** Polymer Testing. Vol. 29. pp. 815–823. 2010.

JONES, D. I. G.; **A Reduced-Temperature Nomogram for Characterization of Damping Material Behavior.** Shock and Vibration Bulletin. Vol. 48, No. 2. pp. 13-22. 1978.

JONES, D. I. G.; **On Temperature-Frequency Analysis of Polymer Dynamic Mechanical Behavior**. Journal of Sound and Vibration. Vol. 140. pp 85-102. 1989.

JONES, D.I.G.; **Results of a Round Robin Test Program: Complex Modulus Properties of a Polymeric Damping Material** . Final Report for Period Oct 1986-May 1992. WL-TR-92-3104, Wright Laboratory, Flight Dynamics Directorate, Structural Dynamics Branch, Wright-Patterson AFB, Ohio, USA. 1992.

JONES, D.I.G.; **Handbook of Viscoelastic Vibration Damping**. John Wiley & Sons, 2001.

LAKES, R.S.; **Viscoelastic Solids**. CRC Press, 1999.

LIMA, L. F. C. P.; FERRETO, H. F. R.; YOSHIGA, A.; OTAGURO, H.; PARRA, D.F.; LUGÃO A. B.; **Determinação da Temperatura de Transição Vítrea (Tg) de Três Tipos de Polietileno por Análise Dinâmico-Mecânica (DMA)**. 17º CBECIMat - Congresso Brasileiro de Engenharia e Ciência dos Materiais. Foz do Iguaçu. 2006.

LOPES, E.M.O.; **On the Experimental Response Reanalysis of Structures with Elastomeric Materials**. Tese de Doutorado, University of Wales Cardiff, 1998.

LOPES, E.M.O.; BAVASTRI, C.A.; SILVA NETO, J. M.; ESPÍNDOLA, J. J.; **Caracterização Integrada de Elastômeros por Derivadas Generalizadas**. Anais do III Congresso Nacional de Engenharia Mecânica (CONEM), 2004, Belém. 2004.

MARTINS, G. A.; **Estatística Geral e Aplicada**. 3. ed. São Paulo: Atlas. 2010.

MEYER, A.; SOUZA, G. P.; OLIVEIRA, S. M.; TOMCZAK, F.; WASILKOSKI, C.; PINTO, C. E. S.; **Avaliação das Propriedades Termo-Mecânicas de Borracha Nitrílica após Ensaio de Compatibilidade de Acordo com ASTM D 3455**. Polímeros: Ciência e Tecnologia. Vol. 16, No. 3. pp. 230-234. 2006.

MONTGOMERY, D.C; **Design and Analysis of Experiments**. 6. ed. John Wiley & Sons. 2005.

MONTGOMERTY, D.C.; RUNGER, G.C.; HUBELE, N.F.; **Estatística Aplicada à Engenharia**. 2. ed. Rio de Janeiro. Editora LTC. 2004.

MORENO, R. M. B.; FERREIRA, M.; GONÇALVES, P DE S.; MATTOSO, L. H. C.; **Monitoramento e Avaliação da Borracha Natural Crua Utilizando a Técnica de Análise Térmica Dinâmico-Mecânica.** Polímeros: Ciência e Tecnologia. Vol. 16. pp. 235-238. 2006.

MOTT, P. H.; DORGAN, J. R.; ROLAND, C. M.; **The Bulk Modulus and Poisson's Ratio of "Incompressible" Materials.** Journal of Sound and Vibration. Vol 312. pp. 572-575. 2008.

NASHIF, A. D.; JONES, D.I.G.; HENDERSON, J.P.; **Vibration Damping.** John Willey & Sons. 1985.

NETZSCH, Dynamic Mechanical Analyzer, DMA 242C, **Instruction Manual.** 1994.

OLIVEIRA, F. A.; ALVES, N.; GIACOMETTI, J. A.; CONSTANTINO, C. J. L.; JOB, A.E.; **Study of the Thermo-mechanical and Electrical Properties of Conducting Composites Containing Natural Rubber and Carbon Black.** Journal of Applied Polymer Science. Vol. 106, Issue 2. pp. 1001–1006. 2007.

OYADIJI, S. O. AND TOMLINSON, G. R.; **Establishing the Validity of the Master Curve Technique for Complex Modulus Data Reduction.** Proceedings of Damping'91. Vol. 1, San Diego, USA, pp. DBC1-DBC20. 1991.

PRITZ, T; **Frequency Dependences of Complex Moduli and Complex Poisson's Ratio of Real Solid Materials.** Journal of Sound and Vibration. Vol 214. pp. 83-104. 1998.

PRITZ, T; **Measurement Methods of Complex Poisson's Ratio of Viscoelastic Materials.** Applied Acoustics. Vol. 60. pp. 279-292. 2000.

PRITZ, T; **Loss Factor Peak of Viscoelastic Materials: Magnitude to Width Relations.** Journal of Sound and Vibration. Vol. 246. pp. 265-280. 2001.

PRITZ, T; **The Poisson's Loss Factor of Solid Viscoelastic Materials.** Journal of Sound and Vibration. Vol 306. pp. 790-802. 2007.

RAO, S.; **Vibrações Mecânicas.** 4.ed. São Paulo. Pearson Prentice Hall. 2008.

ROYSTON, J.P.; **An extension of Shapiro and Wilk's W Test for Normality to Large Samples**. Journal of the Royal Statistical Society. Vol. 31. pp. 115-124. 1982.

SIEGEL, S.; **Nonparametric Statistics for the Behavioral Sciences**. New York, McGraw Hill Book Co, Inc. 1956.

SIEGEL, S.; CASTELLAN, J. N. JR.; **Estatística Não-Paramétrica para Ciências do Comportamento**. 2. ed. São Paulo. Artmed Editora S. A. 2006.

SILVA, N. M.; LIMA, L. F. C. P.; FARIA, R. N.; ROSSI, J. L.; **Influência da Pós-cura na Temperatura de Transição Vítrea em Compósitos de Fibra de Carbono e de Poliamida com Matriz de Polímero Termofixo**. 17º CBECIMat - Congresso Brasileiro de Engenharia e Ciência dos Materiais. Foz do Iguaçu. 2006.

SHAPIRO, S.S.; WILK, M.B.; **An Analysis of Variance Test for Normality (Complete Samples)**. Biometrika. Vol. 52. pp. 591-611. 1965.

SHAPIRO, S.S.; WILK, M.B.; CHEN, H.J.; **A Comparative Study of Various Tests For Normality**. Journal of the American Statistical Association. Vol. 63. pp. 1343-1372. 1968.

SNOWDON, J.C.; **Vibration and Shock in Damped Mechanical Systems**. John Wiley & Sons. 1968.

SPIEGEL, M.R.; **Estatística**. 1º ed. Rio de Janeiro. Ao Livro Técnico S.A. 1968.

SZABO, J.P.; KEOUGH, I.A.; **Method for Analysis of Dynamic Mechanical Thermal Analysis Data Using the Havriliak-Negami Model**. Thermochimica Acta. Vol 1-12. pp. 392-393. 2002.

TENG, T.; HU, N.; **Analysis of Damping Characteristics for Viscoelastic Laminated Beams**. Computational Methods Applied Mechanical Engineering. Vol. 190. pp 3881-3892. 2001.

WITTLER, O.; SPRAFKE, P.; STUTTGART; R. B. G.; WALTER, H.; RANGSDORF; A. G.; GOLLHARDT, A.; VOGEL, D. ; MICHEL, B.; BERLIN, F. I.; **Time and Temperature Dependent Mechanical Characterization of Polymers for Microsystems Applications**. Materials Week 2000 - European Congress on Advanced Materials and Processes. 2000.

WONNACOTT, T.H.; WONNACOTT, R.J.; **Introductory Statistics**. 5. ed. John Wiley & Sons. 1990.

ANEXOS

A - TABELA COM OS VALORES CRÍTICOS DA DISTRIBUIÇÃO QUI-QUADRADO
(FONTE: SIEGEL E CASTELLAN, 2006)

Tabela C

Valores críticos da distribuição qui-quadrado*

gl	Probabilidade sob H_0 de que $\chi^2 \geq X^2$													
	0,99	0,98	0,95	0,90	0,80	0,70	0,50	0,30	0,20	0,10	0,05	0,02	0,01	0,001
1	0,00016	0,00063	0,0039	0,016	0,064	0,15	0,46	1,07	1,64	2,71	3,84	5,41	6,64	10,83
2	0,02	0,04	0,10	0,21	0,45	0,71	1,39	2,41	3,22	4,60	5,99	7,82	9,21	13,82
3	0,12	0,18	0,35	0,58	1,00	1,42	2,37	3,66	4,64	6,25	7,82	9,84	11,34	16,27
4	0,30	0,43	0,71	1,06	1,65	2,20	3,36	4,88	5,99	7,78	9,49	11,67	13,28	18,46
5	0,55	0,75	1,14	1,61	2,34	3,00	4,35	6,06	7,29	9,24	11,07	13,39	15,09	20,52
6	0,87	1,13	1,64	2,20	3,07	3,83	5,35	7,23	8,56	10,64	12,59	15,03	16,81	22,46
7	1,24	1,56	2,17	2,83	3,82	4,67	6,35	8,38	9,80	12,02	14,07	16,62	18,48	24,32
8	1,65	2,03	2,73	3,49	4,59	5,53	7,34	9,52	11,03	13,36	15,51	18,17	20,09	26,12
9	2,09	2,53	3,32	4,17	5,38	6,39	8,34	10,66	12,24	14,68	16,92	19,68	21,67	27,88
10	2,56	3,06	3,94	4,86	6,18	7,27	9,34	11,78	13,44	15,99	18,31	21,16	23,21	29,59
11	3,05	3,61	4,58	5,58	6,99	8,15	10,34	12,90	14,63	17,28	19,68	22,62	24,72	31,26
12	3,57	4,18	5,23	6,30	7,81	9,03	11,34	14,01	15,81	18,55	21,03	24,05	26,22	32,91
13	4,11	4,76	5,89	7,04	8,63	9,93	12,34	15,12	16,98	19,81	22,36	25,47	27,69	34,53
14	4,66	5,37	6,57	7,79	9,47	10,82	13,34	16,22	18,15	21,06	23,68	26,87	29,14	36,12
15	5,23	5,98	7,26	8,55	10,31	11,72	14,34	17,32	19,31	22,31	25,00	28,26	30,58	37,70
16	5,81	6,61	7,96	9,31	11,15	12,62	15,34	18,42	20,46	23,54	26,30	29,63	32,00	39,29
17	6,41	7,26	8,67	10,08	12,00	13,53	16,34	19,51	21,62	24,77	27,59	31,00	33,41	40,75
18	7,02	7,91	9,39	10,86	12,86	14,44	17,34	20,60	22,76	25,99	28,87	32,35	34,80	42,31
19	7,63	8,57	10,12	11,65	13,72	15,35	18,34	21,69	23,90	27,20	30,14	33,69	36,19	43,82
20	8,26	9,24	10,85	12,44	14,58	16,27	19,34	22,78	25,04	28,41	31,41	35,02	37,57	45,32
21	8,90	9,92	11,59	13,24	15,44	17,18	20,34	23,86	26,17	29,62	32,67	36,34	38,93	46,80
22	9,54	10,60	12,34	14,04	16,31	18,10	21,24	24,94	27,30	30,81	33,92	37,66	40,29	48,27
23	10,20	11,29	13,09	14,85	17,19	19,02	22,34	26,02	28,43	32,01	35,17	38,97	41,64	49,73
24	10,86	11,99	13,85	15,66	18,06	19,94	23,34	27,10	29,55	33,20	36,42	40,27	42,98	51,18
25	11,52	12,70	14,61	16,47	18,94	20,87	24,34	28,17	30,68	34,38	37,65	41,57	44,31	52,62
26	12,20	13,41	15,38	17,29	19,82	21,79	25,34	29,25	31,80	35,56	38,88	42,86	45,64	54,05
27	12,88	14,12	16,15	18,11	20,70	22,72	26,34	30,32	32,91	36,74	40,11	44,14	46,96	55,48
28	13,56	14,85	16,93	18,94	21,59	23,65	27,34	31,39	34,03	37,92	41,34	45,42	48,28	56,89
29	14,26	15,57	17,71	19,77	22,48	24,58	28,34	32,46	35,14	39,09	42,56	46,69	49,59	58,30
30	14,95	16,31	18,49	20,60	23,36	25,51	29,34	33,53	36,25	40,26	43,77	47,96	50,89	59,70

* A Tabela C é abreviada da Tabela IV de Fisher e Yates: *Statistical tables for biological, agricultural, and medical research*, publicada por Longman Group UK Ltd., Londres (previamente publicada por Oliver and Boyd Ltd., Edinburgo) e com a permissão dos autores e dos editores.

B - TABELA DOS VALORES DE Δ_1 PARA COMPARAÇÕES MÚLTIPLAS, TESTE
NÃO-PARAMÉTRICO DE FRIEDMAN
(FONTE: CAMPOS, 1983)

Tabela 24 - Diferença mínima significativa (Δ_1) para as comparações múltiplas, baseadas
no teste de Friedman, envolvendo todos os pares (i, j) de tratamentos

$$P_0(|R_i - R_j| \geq \Delta_1) = \alpha$$

k = número de tratamentos;

n = número de repetições por tratamento.

n	Δ_1	α	n	Δ_1	α	n	Δ_1	α
$k = 3$			$k = 3$			$k = 4$		
3	6	0,028	15	13	0,047	12	17	0,038
4	7	0,042		14	0,028		18	0,023
	8	0,005		16	0,010		20	0,008
5	8	0,039	$k = 4$			13	18	0,032
	9	0,008	2	6	0,083		19	0,021
6	9	0,029	3	8	0,049	14	18	0,042
	10	0,009		9	0,007		19	0,028
7	9	0,051	4	10	0,026		21	0,011
	10	0,023		11	0,005	15	19	0,037
	11	0,008	5	11	0,037		20	0,024
8	10	0,039		12	0,013		22	0,010
	11	0,018	6	12	0,037	$k = 5$		
	12	0,007		13	0,018	2	8	0,050
9	10	0,048		14	0,006			
	11	0,026	7	13	0,037	3	10	0,067
	12	0,013		14	0,020		11	0,018
10	11	0,037		15	0,008		12	0,002
	12	0,019	8	14	0,034	4	12	0,054
	13	0,010		15	0,019		13	0,020
11	11	0,049		16	0,009		14	0,006
	12	0,026	9	15	0,032	5	14	0,040
	14	0,008		17	0,010		16	0,006
12	12	0,038	10	15	0,046	6	15	0,049
	13	0,022		16	0,029		16	0,028
	14	0,012		18	0,010		17	0,013
13	12	0,049	11	16	0,041	7	16	0,052
	13	0,030		17	0,026		17	0,033
	15	0,009		19	0,009		19	0,009
14	13	0,038				8	18	0,036
	14	0,023					19	0,022
	16	0,007					20	0,012

Tabela 24 - continuação

n	Δ_1	α	n	Δ_1	α	n	Δ_1	α
$k = 5$			$k = 6$			$k = 7$		
9	19	0,037	8	22	0,039	7	24	0,047
	20	0,024		23	0,026		25	0,032
	22	0,008		25	0,008		27	0,011
10	20	0,038	9	23	0,043	8	26	0,041
	21	0,025		24	0,030		27	0,030
	23	0,009		26	0,012		29	0,011
11	21	0,038	10	24	0,047	9	27	0,050
	22	0,025		26	0,023		29	0,026
	24	0,010		28	0,009		31	0,011
12	22	0,038	11	26	0,036	10	29	0,042
	23	0,025		27	0,026		30	0,031
	25	0,011		29	0,012		33	0,010
13	23	0,035	12	27	0,039	11	30	0,049
	24	0,024		28	0,028		32	0,027
	26	0,011		31	0,009		35	0,009
14	24	0,034	13	28	0,039	12	32	0,040
	25	0,024		29	0,028		33	0,030
	27	0,011		32	0,010		36	0,011
15	24	0,045	14	29	0,040	13	33	0,043
	26	0,022		30	0,030		35	0,025
	28	0,010		33	0,011		38	0,009
$k = 6$			15	30	0,040	14	34	0,047
2	10	0,033		32	0,023		36	0,028
				34	0,012		39	0,011
3	13	0,030	$k = 7$			15	36	0,038
	14	0,008	2	12	0,024		37	0,030
4	15	0,047					41	0,009
	16	0,018	3	15	0,048	$k = 8$		
	17	0,006		16	0,016	2	14	0,018
5	17	0,047	4	18	0,040		17	0,067
	18	0,022		20	0,007		18	0,027
	19	0,010	5	20	0,052		19	0,009
6	19	0,040		21	0,028	4	21	0,038
	20	0,021		22	0,014		23	0,007
	21	0,010	6	22	0,050	5	23	0,057
7	20	0,049		23	0,032		24	0,034
	21	0,032		25	0,009		26	0,009
	23	0,010						

Tabela 24 - continuação

n	Δ_1	α	n	Δ_1	α	n	Δ_1	α
$k = 8$			$k = 9$			$k = 10$		
6	26	0,045	4	23	0,064	2	17	0,056
	27	0,027		24	0,034		18	0,011
	29	0,009		26	0,008	3	22	0,057
7	28	0,048	5	27	0,040		23	0,026
	29	0,032		28	0,023		24	0,010
	31	0,012		29	0,013	4	26	0,060
8	30	0,046	6	29	0,058		27	0,033
	31	0,033		30	0,038		29	0,009
	34	0,009		33	0,008	5	30	0,047
9	32	0,043	7	32	0,046		31	0,029
	33	0,032		33	0,032		33	0,010
	36	0,010		36	0,008	6	33	0,051
10	34	0,040	8	34	0,049		34	0,033
	35	0,031		36	0,026		37	0,008
	38	0,010		38	0,012	7	36	0,047
11	35	0,048	9	36	0,050		37	0,033
	37	0,028		38	0,030		40	0,010
	40	0,010		41	0,010	8	38	0,052
12	37	0,042	10	38	0,050		40	0,031
	39	0,026		40	0,031		43	0,010
	42	0,010		43	0,011	9	41	0,046
13	39	0,039	11	40	0,048		43	0,027
	40	0,030		42	0,030		46	0,009
	44	0,009		46	0,009	10	43	0,047
14	40	0,042	12	42	0,046		45	0,030
	42	0,027		44	0,029		49	0,009
	45	0,012		48	0,009	11	45	0,049
15	42	0,037	13	44	0,042		47	0,032
	43	0,030		46	0,027		51	0,010
	47	0,011		50	0,009	12	48	0,040
$k = 9$			14	46	0,041		50	0,027
2	15	0,069		48	0,026		54	0,009
	16	0,014		52	0,009	13	50	0,039
3	20	0,041	15	47	0,046		52	0,026
	22	0,005		50	0,025		56	0,009
				54	0,009	14	52	0,039
							54	0,026
							58	0,010

C - TABELA PONTOS PERCENTUAIS DO TESTE W DE SHAPIRO-WILK PARA

n=3,...,50.

(FONTE: SHAPIRO E WILK, 1965)

n	Níveis								
	0-01	0-02	0-05	0-10	0-50	0-90	0-95	0-98	0-99
3	0-753	0-756	0-767	0-789	0-959	0-998	0-999	1-000	1-000
4	·687	·707	·748	·792	·935	·987	·992	·996	·997
5	·686	·715	·762	·806	·927	·979	·986	·991	·993
6	0-713	0-743	0-788	0-826	0-927	0-974	0-981	0-986	0-989
7	·730	·760	·803	·838	·928	·972	·979	·985	·988
8	·749	·778	·818	·851	·932	·972	·978	·984	·987
9	·764	·791	·829	·859	·935	·972	·978	·984	·986
10	·781	·806	·842	·869	·938	·972	·978	·983	·986
11	0-792	0-817	0-850	0-876	0-940	0-973	0-979	0-984	0-986
12	·805	·828	·859	·883	·943	·973	·979	·984	·986
13	·814	·837	·866	·889	·945	·974	·979	·984	·986
14	·825	·846	·874	·895	·947	·975	·980	·984	·986
15	·835	·855	·881	·901	·950	·975	·980	·984	·987
16	0-844	0-863	0-887	0-906	0-952	0-976	0-981	0-985	0-987
17	·851	·869	·892	·910	·954	·977	·981	·985	·987
18	·858	·874	·897	·914	·956	·978	·982	·986	·988
19	·863	·879	·901	·917	·957	·978	·982	·986	·988
20	·868	·884	·905	·920	·959	·979	·983	·986	·988
21	0-873	0-888	0-908	0-923	0-960	0-980	0-983	0-987	0-989
22	·878	·892	·911	·926	·961	·980	·984	·987	·989
23	·881	·895	·914	·928	·962	·981	·984	·987	·989
24	·884	·898	·916	·930	·963	·981	·984	·987	·989
25	·888	·901	·918	·931	·964	·981	·985	·988	·989
26	0-891	0-904	0-920	0-933	0-965	0-982	0-985	0-988	0-989
27	·894	·906	·923	·935	·965	·982	·985	·988	·990
28	·896	·908	·924	·936	·966	·982	·985	·988	·990
29	·898	·910	·926	·937	·966	·982	·985	·988	·990
30	·900	·912	·927	·939	·967	·983	·985	·988	·990
31	0-902	0-914	0-929	0-940	0-967	0-983	0-986	0-988	0-990
32	·904	·915	·930	·941	·968	·983	·986	·988	·990
33	·906	·917	·931	·942	·968	·983	·986	·989	·990
34	·908	·919	·933	·943	·969	·983	·986	·989	·990
35	·910	·920	·934	·944	·969	·984	·986	·989	·990
36	0-912	0-922	0-935	0-945	0-970	0-984	0-986	0-989	0-990
37	·914	·924	·936	·946	·970	·984	·987	·989	·990
38	·916	·925	·938	·947	·971	·984	·987	·989	·990
39	·917	·927	·939	·948	·971	·984	·987	·989	·991
40	·919	·928	·940	·949	·972	·985	·987	·989	·991
41	0-920	0-929	0-941	0-950	0-972	0-985	0-987	0-989	0-991
42	·922	·930	·942	·951	·972	·985	·987	·989	·991
43	·923	·932	·943	·951	·973	·985	·987	·990	·991
44	·924	·933	·944	·952	·973	·985	·987	·990	·991
45	·926	·934	·945	·953	·973	·985	·988	·990	·991
46	0-927	0-935	0-945	0-953	0-974	0-985	0-988	0-990	0-991
47	·928	·936	·946	·954	·974	·985	·988	·990	·991
48	·929	·937	·947	·954	·974	·985	·988	·990	·991
49	·929	·937	·947	·955	·974	·985	·988	·990	·991
50	·930	·938	·947	·955	·974	·985	·988	·990	·991